

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 03
FACULTE DE GENIE DES PROCEDES
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCEDES DE L'ENVIRONNEMENT

N° d'ordre :... ..

Série :... ..

Mémoire

PRESENTE POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER
EN GENIE DES PROCEDES
OPTION : GENIE DES PROCEDE DE L'ENVIRONNEMENT

ETUDE COMPARATIVE DE L'INFLUENCE
D'UN TRAITEMENT DE NITRURATION SUR
LES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES
DE DEUX MATERIAUX (Ti5Al4Mo – C22)

Présenté par :

Benredjem Bouthaina

Belkassour Bouchra

Dirigé par :

M^{me} Benlahreche F Zohra

MCB

Session : Juillet

2018-2019

REMERCIEMENT

Nous remercions, en premier lieu, notre Dieu qui a bien voulu nous donner la force pour effectuer le présent travail.

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de l'Entreprise Tracteurs Agricole (ETRAG) d'OUED HAMIMIME, EL KHROUB.

Nous commençons tout naturellement pour adresser nos remerciements les plus sincères à Madame Nouicer-Benlahreche F Zohra pour avoir acceptée de diriger notre projet de fin d'étude et pour nous avoir guidées; conseillées et suivis tout au long de ce projet.

Nous exprimons notre profonde gratitude aux ingénieurs du laboratoire de la société ETRAG pour leurs disponibilités et surtout pour leurs accueils très chaleureux au sein du laboratoire.

Nous tenons également à remercier l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté d'évaluer notre travail, en particulier son président du jury Mr Chikhi Mostapha.

DEDICACES

Je tien à remercier en premier lieu

Notre dieu « Allah »

Je dédie ce travail

*A mes chers parents pour leurs soutiens, leurs patiences,
leurs encouragements durant mon parcours scolaires.*

*A mes sœurs Farah et Hanaa, et mes frères Halim et
Adam.*

Ainsi, à toute ma famille.

A mes proches amis Kerras Halima et Belghit Aouattef.

*À tous les étudiants de ma promotion de **Génie**
d'environnement.*

*À tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de
continuer.*

Benredjem Bouthaina

DEDICACES

Je tien à remercier en premier lieu

Notre dieu « Allah »

Je dédie ce travail

*A mes chers parents pour leurs soutiens, leurs patiences,
leurs encouragements durant mon parcours scolaires.*

*A mes sœurs Sara et Amina, et mes frères Housseem,
Hamza, Raouf et Ahmed.*

A mon marie Bilal.

*Ainsi, à mon cher grand père et ma grande mère et toute
ma famille.*

A mes proches amis Nabila, Madiha et Hanane.

A mes collègue Halima et Aouattef.

*À tous les étudiants de ma promotion de **Génie**
d'environnement.*

*À tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de
continuer.*

Belkassour Bouchra

Sommaire

LISTE DES TABLEAUX**LISTE DES FIGURES****LISTE D'ABREVIATIONS ET NOMENCLATURES**

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I : ACIERS ET TITANE	
I.1. LES ACIERS	3
<i>I.1.1. Définition de l'acier</i>	3
<i>I.1.2. Diagramme d'équilibre fer-carbone</i>	3
<i>I.1.2.1. La ferrite</i>	4
<i>I.1.2.2. L'austénite</i>	4
<i>I.1.2.3. La cémentite</i>	4
<i>I.1.2.4. La perlite</i>	4
<i>I.1.3. Composition des aciers</i>	4
<i>I.1.4. Les propriétés physiques de l'acier</i>	5
<i>I.1.5. Classification des aciers</i>	5
<i>I.1.5.1. Les aciers ordinaires non alliés</i>	5
<i>I.1.5.2. Les aciers alliés ou aciers spéciaux</i>	7
<i>I.1.5.3. Les aciers inoxydables</i>	9
I.2. LE TITANE	10
<i>I.2.1. Historique</i>	10
<i>I.2.2. Structure et composition</i>	11
<i>I.2.2.1. Structure</i>	11

<i>I.2.2.2. Composition</i>	<i>11</i>
<i>I.2.3. Les alliages du titane</i>	<i>12</i>
<i>I.2.3.1. Les alliages alpha</i>	<i>12</i>
<i>I.2.3.2. Les alliages Béta</i>	<i>12</i>
<i>I.2.3.3. Les alliages biphasés alpha-béta</i>	<i>12</i>
<i>I.2.4. Propriétés du titane et de ses alliages</i>	<i>13</i>
<i>I.2.4.1. Propriétés physiques (Tableau I.3)</i>	<i>13</i>
<i>I.2.4.2. Propriétés mécaniques (Tableau I.4)</i>	<i>14</i>
<i>I.2.4.3. Propriétés biochimiques</i>	<i>15</i>
CHAPITRE II : LA NITRURATION	
<i>II.1. INTRODUCTION</i>	<i>16</i>
<i>II.2. LES METHODES DE TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES</i>	<i>16</i>
<i>II.2.1. La cémentation</i>	<i>16</i>
<i>II.2.1.1. Principe de la cémentation</i>	<i>17</i>
<i>II.2.1.2. Technique de cémentation</i>	<i>18</i>
<i>II.2.2. La carbonituration</i>	<i>19</i>
<i>II.2.2.1. Principe de carbonituration</i>	<i>19</i>
<i>II.2.3. Sulfonituration</i>	<i>20</i>
<i>II.2.4. Chromisation</i>	<i>21</i>
<i>II.2.5. Oxydation</i>	<i>21</i>
<i>II.2.5.1. L'oxydation seule</i>	<i>21</i>
<i>II.2.5.2. Oxynituration</i>	<i>21</i>

<i>II.2.6. Boruration</i>	21
II.3. NITRURATION	22
<i>II.3.1. Principe</i>	22
<i>II.3.2. Les techniques de nitruration</i>	23
<i>II.3.2.1. La nitruration en bain de sel</i>	23
<i>II.3.2.2. La nitruration gazeuse</i>	23
<i>II.3.2.3. La nitruration ionique (assistée par plasma)</i>	25
<i>II.3.3. Mécanismes de formation des couches nitrurées</i>	25
<i>II.3.4. Structure et microstructure des aciers nitrurés</i>	27
CHAPITRE III : METHOIIES EXPERIMENTALES	
III.1. INTRODUCTION	30
III.2. DESCRIPTION DES MATERIAUX ETUDIES	30
III.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS	31
<i>III.3.1. Découpage des échantillons</i>	31
<i>III.3.2. Polissage</i>	32
<i>III.3.3. Attaque chimique</i>	32
III.4. TECHNIQUES EXPERIMENTALES	33
<i>III.4.1. Mise en œuvre du traitement de nitruration en bain de sels</i>	33
III.5. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS	34
<i>III.5.1. Caractérisation métallographique</i>	34
<i>III.5.2. Diffraction des rayons X</i>	35
<i>III.5.2. Caractérisation mécanique (Dureté Vickers)</i>	36

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DESCUSIONS	
IV.1. INTRODUCTION	38
IV.2. CARACTERISATION DES DEUX MATERIAUX A L'ETAT BRUT (AVANT TRAITEMENT)	38
IV.2.1 Composition Chimique	38
IV.2.2. Caractérisation métallographique	39
IV.2.3. Caractérisation par diffraction des rayons X	41
IV. 3. CARACTERISATION DES DEUX MATERIAUX APRES TRAITEMENT DE NITRURATION	42
IV.3.1. Caractérisation métallographique	42
IV.3.2. Caractérisation par diffraction des rayons X	44
IV.3.3. Caractérisation par microdureté	46
IV.4. CONCLUSION PARTIELLE	49
CONCLUSION GENERALE	51
REFERENCES BIBLIOGRAPHIES	52

Liste des tableaux

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I. 1. Les propriétés physiques de l'acier	5
Tableau I. 2. Aciers ordinaires ou aciers au carbone non alliés	6
Tableau I. 3. Propriétés physiques du titane	13
Tableau I.4. Propriétés mécaniques du titane	14
Tableau II. 1. Paramètres de traitement et structure des couches nitrurées avec plusieurs procédés de nitrurations	23
Tableau II. 2. Caractéristiques cristallographiques des phases du système Fer – azote.	27
Tableau III. 1. La composition chimique de Ti-5Al-4Mo (en % massique)	30
Tableau III. 2. La composition chimique de C22 (en % massique)	30
Tableau III. 3. Composition des bains de sels activés	34
Tableau IV. 1. Certificat de la composition chimique de l'acier C22	38
Tableau IV. 2. Certificat de la composition chimique de l'alliage Ti-5Al-4Mo	38

Liste des figures

LISTE DES FIGURES

Figure I. 1. Le diagramme fer-carbone	3
Figure I. 2. Micrographie d'un acier contenant 0,2 % de carbone	7
Figure I. 3 (a). Titane : structure cristalline hexagonale compacte (forme α)	11
Figure I. 3 (b). Titane : structure cristalline cubique centrée (forme β)	11
Figure II. 1. Milieux de diffusion associé aux traitement thermo-chimiques	16
Figure II. 2. Phases de cémentation	17
Figure II. 3. Diagramme d'équilibre Fer- azote	26
Figure II. 4. Relation entre le diagramme d'équilibre Fe - N et la courbe concentration pénétration	26
Figure II. 5a. Structure du nitrure Fe₄N - γ'	29
Figure II. 5b. Structure du nitrure Fe₂₋₃N - ϵ	29
Figure III. 1. Spectromètre (Solaris CCD Plus)	31
Figure III. 2. Tronçonneuse lubrifiée	31
Figure III. 3. Table de polissage	32
Figure III. 4. Bouteille d'un mélange acide nitrique et éthanol (Nital 4%)	33
Figure III. 5. Microscope optique ZWICK Roell	35
Figure III. 6. Diffractomètre « X'Pert Power » (Plate forme de Mécanique-Univ Constantine 1)	36
Figure III. 7. Indenteur et l'empreinte d'indentation	36
Figure III. 8. Le microduromètre ZWICK/Roell	37
Figure IV. 1. Micrographie de l'acier C22 à l'état brut	39
Figure IV. 2. Microstructure du Ti-5Al-4Mo à l'état initial	40

Figure IV. 3. Diffractogrammes des RX de d'acier C22 à l'état brut	41
Figure IV. 4. Diffractogrammes des RX de l'alliage Ti-5Al-4Mo à l'état brut	42
Figure IV. 5. Coupe transversale de l'acier C22 nitruré à 580°C pendant 12 h	43
Figure IV. 6. Coupe transversale de l'alliage Ti-5Al-4Mo nitruré (X600) à 580°C pendant 12 h	44
Figure IV. 7. Spectre des DRX de l'acier C22 nitruré	45
Figure IV. 8. Spectre des DRX de l'alliage Ti-5Al-4Mo nitruré	46
Figure IV. 9. Profil de la dureté de l'acier C22 nitruré à 580 °C	47
Figure IV. 10. Variation de la dureté de l'état brut à l'état nitruré de l'acier C22	47
Figure IV. 11. Profils de microdureté après traitement de nitruration de l'alliage Ti-5Al-4Mo	48
Figure IV. 12. Variation de la dureté de l'état brut à l'état nitruré de l'alliage Ti-5Al-4Mo	48
Figure IV. 13. Variation de la dureté de l'état nitruré des deux matériaux utilisés	49

Liste d'abréviations et nomenclatures

Liste des abréviations et nomenclatures

C = Le coefficient thermique de dilatation linéaire en °C

C.C = Cubique centrées

C.F.C = Cubique à faces centrées

C_m = La chaleur spécifique moyenne des aciers doux

C22 = Acier non allié

D = Le poids spécifique en (g/cm^3)

D = Coefficient de diffusion en (cm^2)/s

d = Diagonale de l'empreinte en mm.

DRX = Diffraction des rayons X

D0 = Facteur de fréquence

ETRAG = Entreprise des tracteurs agricoles

F = Charge appliquée en N

H.C = Hexagonal Compact

HF = Acide hydrofluorique

HV = La dureté Vickers

J_D = Densité de flux

K = La conductivité thermique en ($cal/cm \cdot s \cdot ^\circ C$)

Kroll = Eau + acide hydrofluorique HF + acide nitrique

M = Moulable

Nital = Acide nitrique + méthanol

R = La résistivité linéaire en ($\mu\Omega \cdot cm^2/cm$)

R = Constant des gaz en J/mol.K

S = Soudable

T = Température en Kelvin (K)

t = Temps en s

Ti-5Al-4Mo = Titane

TS = Trempe superficielle

θ = Une incidence

ΔH_d = Enthalpie de diffusion en Joule.

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Les alliages métalliques sont très utilisés dans le domaine industriel. Vu les insuffisances présentées par ces alliages, telles que les problèmes de corrosion, usure et fatigue de contact, plusieurs recherches ont été menées pour améliorer les propriétés des surfaces de ces alliages sur le plan mécanique, physico-chimique et tribologique. C'est pourquoi, des traitements de surface tels que la boruration, la nitruration, la cémentation et la carbonituration sont appliquées pour satisfaire ces exigences sur le plan industriel.

Un traitement de surface est une opération mécanique, thermochimique, électrochimique ou physique qui a pour résultat de modifier l'aspect ou la fonction de la surface des matériaux dans le but de l'adapter à des exigences d'utilisation bien déterminées. Le traitement thermochimique consiste en une modification de la composition chimique de la couche superficielle par enrichissement d'un métal en éléments tels que le carbone et l'azote. Le milieu extérieur sature les couches superficielles en ce dernier élément et celui-ci sera transporté par diffusion vers l'intérieur de la pièce. Il est utilisé pour obtenir une dureté superficielle encore plus élevée, tout en gardant la ductilité au cœur.

Parmi les traitements thermochimiques existants on rencontre la nitruration en bains de sels, dans lequel on fait diffuser de l'azote depuis la surface vers le cœur de la pièce à une température comprise entre 480 et 600°C suivi d'un refroidissement rapide.

L'objectif de ce travail est de faire une étude comparative sur l'influence d'un traitement de nitruration sur les propriétés physico-chimiques de l'alliage à base de titane Ti-5Al-4Mo (β -CEZ) et l'acier non allié C22.

Ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres, en plus d'une conclusion générale et d'une liste de références bibliographiques :

- ✓ *Le premier chapitre* est consacré à un exposé bibliographique sur les différents matériaux utilisés, l'alliage à base de titane et l'acier C22 ; c'est un rappel théorique sur leurs compositions, propriétés et utilisations.
- ✓ La présentation du traitement de nitruration est faite l'objet du *deuxième chapitre*.

- ✓ *Le troisième chapitre* est consacré à la description des différentes techniques expérimentales utilisées (microscopie optique, microdureté, diffraction des rayons X).
- ✓ Les résultats expérimentaux et leurs interprétations font l'objet du *dernier chapitre*.
- ✓ On termine ce mémoire par une *conclusion générale* où on présente les principaux résultats obtenus.

Chapitre

1

Aciers Et Titane

I.1. LES ACIERS

Depuis longtemps, l'acier joue un rôle très important dans la vie quotidienne des hommes. Il est utilisé dans plusieurs domaines. Il est à l'origine de toutes les révolutions scientifiques et industrielles. Donc la connaissance de la structure et du comportement des aciers au cours de leur utilisation reste impérative [1].

L'acier est un métal réalisé par une transformation du fer grâce à l'ajout de carbone pour le rendre plus résistant [2].

I.1.1. Définition de l'acier

L'acier peut être défini comme un matériau composé essentiellement de fer et présentant une teneur en carbone inférieure à 2 %. Il peut encore contenir d'autres éléments, mais de tous ces éléments d'alliage, le carbone a l'effet le plus prononcé sur les propriétés de l'acier. Si l'on ajoute plus de 0,5 % d'éléments d'alliage à l'acier, on parle d'acier allié. Si la proportion d'éléments d'alliage est inférieure à ce chiffre, on parle d'acier non allié [3].

I.1.2. Diagramme d'équilibre fer-carbone

Le diagramme fer-carbone (Figure I.1) décrit les différents états du mélange fer et carbone selon la proportion de fer et de carbone dans le mélange. Au-dessus de 2,11 % de carbone, on parle de fontes, en dessous de cette concentration, on parle d'acier. Ce diagramme permet de visualiser les phases d'acier que l'on a selon la température et la teneur en carbone.

Toutefois, ce diagramme n'est valable que pour des aciers non alliés, c'est-à-dire ne contenant que du fer et du carbone [4].

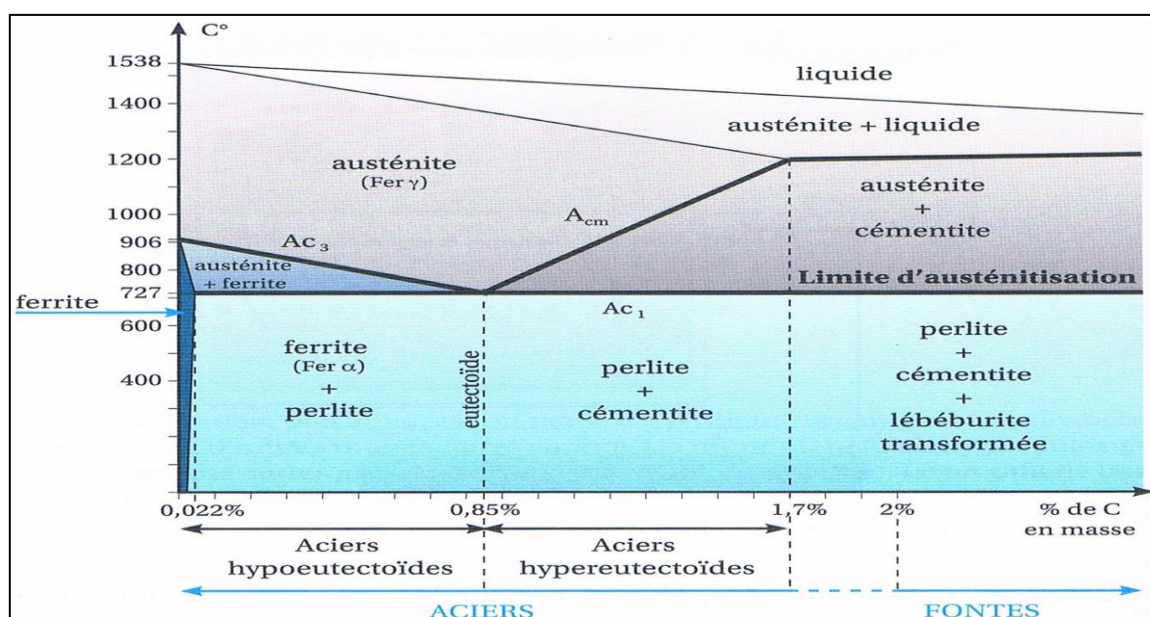


Figure I. 1.Le diagramme fer-carbone [4].

- La ligne Ac_1 727 °C marque la fin de la transformation de la perlite en austénite. Au-delà de cette température, la perlite n'existe plus.
- La ligne Ac_3 marque la fin de la transformation de la ferrite en austénite. Au-delà de cette limite, la ferrite n'existe plus.
- La ligne Ac_m marque la fin de la dissolution de la cémentite dans l'austénite. Au-delà de cette limite, la cémentite n'existe plus.

I.1.2.1. La ferrite

La ferrite est composée de **fer α** et de carbone dissous. La ferrite ne dissout pratiquement pas le carbone (solubilité maxi : 0,02 %). Au-dessus de la ligne $Ac_3 - Ac_1$ le **fer α** se transforme en **fer γ** .

I.1.2.2. L'austénite

L'austénite est composée de **fer γ** et de carbone dissous (jusqu'à 2 %, limite des aciers). Le fer **γ** , constituant de l'acier, n'existe de manière stable qu'à haute température (ligne $Ac_3 - Ac_1$).

I.1.2.3. La cémentite

La cémentite est le composant principal des fontes. La cémentite est un composé chimique de formule Fe_3C (6,67 % de carbone : le carbure de fer) très dur et très cassant.

I.1.2.4. La perlite

La perlite est un agrégat formé de 89 % de ferrite et de 11 % de cémentite, généralement sous forme de lamelles alternées [4].

I.1.3. Composition des aciers

En fait, les aciers sont des alliages fer-carbone contenant du silicium, manganèse, soufre et phosphore en quantité faible pour la famille des aciers non alliés. Des additions judicieuses d'éléments, comme le Si, Ni, Mo, Cr... au cours de l'élaboration ou du traitement de l'alliage liquide permettent de modifier le comportement à la solidification et aussi d'ouvrir l'éventail des structures obtenues.

Cette catégorie d'aciers faiblement ou fortement alliés offre une gamme de performances mécaniques, physico-chimiques, électriques... assez considérable. De plus, ces matériaux se prêtent bien aux traitements thermiques, ce qui permet encore d'en diversifier les performances [5].

I.1.4. Les propriétés physiques de l'acier

On résume les propriétés physiques de l'acier dans le tableau suivant :

Tableau I. 1. Les propriétés physiques de l'acier[1].

Les propriétés physiques	Les relations
La chaleur spécifique moyenne des aciers doux	$C_m = 0.11134 + 0.00455$ (Formule de Levin et Schottky)
Le poids spécifique (g/cm^3)	$D = 7.876 - 0.03$ (Formule de Grmlich)
Le coefficient thermique de dilatation linéaire (20 - 50°C)	$C = 0.1 \%$ coefficient = $13.86 \cdot 10^{-6}$ $C = 0.75 \%$ coefficient = $13.55 \cdot 10^{-6}$ (Maurer et schmidt)
La conductivité thermique ($cal/cm. s. ^\circ C$)	$C = 0.1 \%$ K 0.125 (acier recuit) $C = 0.3 \%$ K 0.115 (acier recuit) (D'après Jakob)
La résistivité linéaire ($\mu\Omega.cm^2/cm$)	$C = 0 \%$ R=11 $C = 1.7 \%$ R=17
Lamentation (Gauss)	De l'ordre 10000

I.1.5. Classification des aciers

La norme **NBN EN 10020** propose une classification des nuances d'aciers sur la base de leur composition chimique et de leur principale classe de qualité. Cette dernière est définie selon les caractéristiques spécifiques des nuances d'acier leur permettant de répondre aux exigences particulières de certaines applications.

I.1.5.1. Les aciers ordinaires non alliés

Ce sont des aciers standards qui sont parfois improprement appelés aciers au carbone [6].

a) Aciers non alliés d'usage général (70 % des aciers)

Les aciers non alliés sont des aciers standards d'usage général qui sont parfois improprement appelés **aciers au carbone**. Ils sont utilisés tels quels, sans traitement ultérieur, constituent environ 80 % de la production des aciers. Outre le carbone, ces aciers contiennent

des éléments d'addition et des impuretés dont la présence découle de leur mode d'élaboration : manganèse (1.2 %), silicium (0.6 %), soufre (0.06 %), phosphore (0.06 %). Ces pourcentages présentent les teneurs limites de ces éléments dans ces aciers (tableau I.2).

Les aciers non alliés pour lesquels il existe par exemple des exigences de propriétés spécifiées de ténacité (résilience), de grosseur de grain et/ou de formabilité [6].

Tableau I. 2. Aciers ordinaires ou aciers au carbone non alliés.

Nuance	Pourcentage de carbone (C)	Résistance Rm (MPa) état recuit	Emplois
Extra-doux	$C < 0,15$	330-420	Tôles pour carrosserie, feuillards, quincaillerie, pièces de forge
Doux	$0,15 < C < 0,20$	370-460	Charpente métallique, profilés, construction mécanique courante, boulons, fils ordinaires
Demi-doux	$0,20 < C < 0,30$	480-550	Pièces de machines pour applications mécaniques, pièces ou bâtis moulés, pièces forgées
Demi-dur	$0,30 < C < 0,40$	550-650	Petit outillage, éléments de machines agricoles, organes de transmission
Dur	$0,40 < C < 0,60$	650-750	Pièces d'outillage, d'armement, glissières, rails et bandages, ressorts, coutellerie, pièces moulées et traitées
Extra-dur	$0,60 < C$	>750	Outils d'usinage et découpe, câbles, ressorts

Bien qu'on puisse les obtenir avec des propriétés mécaniques variées, les aciers ordinaires ne répondent pas à toutes les exigences d'utilisation.

- **Désignation** : lettre (**S**, **E**, etc.) représentant la classe, suivie de la limite élastique à la traction en MPa ou N/mm² et d'indications complémentaires (**S** : soudable ; **M** : moulable; **TS** : trempe superficielle). S'il s'agit d'un acier moulé, la désignation est précédée de la lettre **G**.

b) Aciers spéciaux, non alliés (au carbone), de type C

Ce sont des aciers destinés aux traitements thermiques (trempe, cémentation) des pièces petites ou moyennes, ils sont caractérisés par une grande pureté et des éléments d'addition en très faible quantité.

Les aciers de traitements thermiques sont soit des aciers au carbone sans autres éléments d'additions que des éléments standard Mn et Si, soit des aciers alliés contenant en proportion variables d'un ou plusieurs éléments d'addition (Cr, Ni, V, etc.) [6].

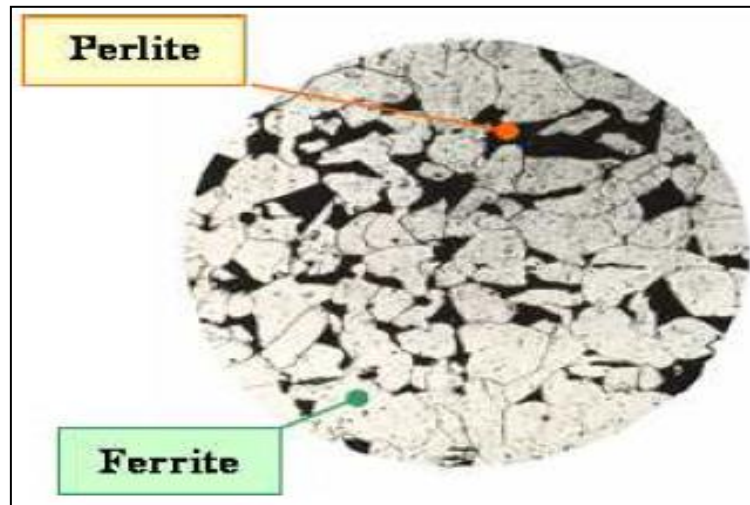


Figure I. 2. Micrographie d'un acier contenant 0,2 % de carbone[6].

- **Désignation** : Lettre C suivie du pourcentage de carbone multiplié par 100 plus au besoin des indications complémentaires.

1.1.5.2. Les aciers alliés ou aciers spéciaux

Un alliage à base d'acier est considéré comme fortement allié si l'un des éléments qui le compose représente plus de 5 % du mélange. Dans le cas contraire, on dit qu'il est faiblement allié. Les alliages à base d'acier possèdent des caractéristiques spécifiques selon le ou les composant(s) qui sont ajoutés : nickel, chrome, manganèse ou étain.

Les aciers alliés ont une importance technologique primordiale, aucune étape de la fabrication et quel que soit le procédé employé ne peut se passer d'outil. La production mondiale de ce genre d'acier ne représente qu'un faible pourcentage ~0.1 %, mais compte par exemple en Amérique plus de 75 nuances. Chacune de ces nuances est destinée à une fonction bien spécifique.

a) Les aciers au nickel (2 à 40 %)

L'ajout d'une faible dose de nickel à l'acier améliore sa faculté de prendre la trempe. Avec une forte teneur en nickel, c'est la résistance de l'alliage à la corrosion qui est améliorée.

Dans des proportions pouvant atteindre 50 % (ferro-nickel), le nickel favorise la tenue à la corrosion dans des milieux très agressifs et certaines de ses propriétés changent comme la

dilatation et le magnétisme. Un type très particulier d'alliage regroupant l'acier et le nickel est le maraging (17 % à 20 % de nickel).

b) Les aciers au chrome (1 à 25 %)

Le chrome augmente la résistance à la rupture par la formation de carbures durs, mais apporte aussi une certaine fragilité. Jusqu'à 4 % de chrome, l'alliage peut être utilisé comme aciers à outils ou à roulements. A plus forte teneur, ils sont employés dans la coutellerie fine et l'outillage de découpe. Si l'acier contient entre 10 % et 20 % de chrome, il devient inoxydable aux agents corrosifs et aux oxydants industriels. Pour une teneur de chrome égale à un quart, il devient réfractaire et peut donc entrer dans la composition de certains fours par exemple.

c) Les aciers avec du nickel et du chrome

Ce sont les plus importants des aciers spéciaux par leurs multiples applications. Ils combinent à la fois les avantages du chrome et du nickel. On distingue les aciers perlitiques (6 % nickel/2 % chrome au maximum) très employés en construction mécanique et les aciers austénitiques qui possèdent une charge en nickel et en chrome plus importante et qui constituent les aciers inoxydables (chrome 18 %, 8 % nickel).

d) Les aciers au manganèse

Ils possèdent une bonne résistance à l'usure et peuvent donc être employés dans des ouvrages destinés à durer tels que des rails de chemins de fer ou des pointes d'aiguillages, par exemple.

e) Les aciers à l'étain

Cet alliage a pendant longtemps était surnommé "fer blanc" du fait de sa couleur. L'association d'acier et d'étain donne à l'alliage une bonne dureté, ainsi qu'une grande résistance à la corrosion. Ces caractéristiques ainsi que son coût relativement faible, sa non-toxicité et son apparence plaisante font du fer-blanc le principal métal employé dans la fabrication de conditionnements pour l'industrie agroalimentaire et en particulier dans celle de canettes.

• Désignation des aciers faiblement alliés :

Le pourcentage de carbone est multiplié par 100, suivi des symboles chimiques des principaux éléments d'addition classés en ordre décroissant. Puis dans le même ordre, les pourcentages de ces éléments multipliés par 4, 10, 100 ou 1000, plus au besoin des indications complémentaires [5].

1.1.5.3. Les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables jouent un grand rôle dans d'innombrables domaines : vie quotidienne, industrie mécanique, agroalimentaire, chimie, transports et médecine comme les autres aciers.

Les aciers inoxydables constituent une grande famille d'alliages métalliques. Suivant leur teneur en chrome et les traitements thermiques qu'ils ont subis, ils présentent une large gamme de propriétés. Dans la suite, nous allons brièvement décrire les différents types d'aciers inoxydables [7].

a) Aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques contiennent généralement entre 0,02 % et 0,1 % carbone, 17 à 20 % de chrome, 7 à 25 % de nickel et 2 à 5 % molybdène.

La teneur en nickel sert à donner et à conserver la structure austénitique à ces aciers même à température ambiante, en plus d'augmenter leur résistance à la corrosion. Les aciers austénitiques sont ductiles, résistants au choc et non-magnétiques ; ils ne se trempent pas, mais peuvent acquérir une certaine dureté par déformation à froid. A l'état recuit, ils possèdent à ce moment une plus grande ductilité et une meilleure ténacité que les aciers ordinaires. Ils possèdent une très bonne résistance à la corrosion [8].

b) Aciers martensitiques

Comme pour tous les aciers non ou faiblement alliés, le carbone joue un rôle fondamental. Pour ces aciers, la teneur maximale en carbone est limitée à 1.2 %. Leur teneur en chrome est comprise entre 11.5 et 18 %, et ils peuvent contenir jusqu'à 6 % de nickel et jusqu'à 1.5 % de molybdène [8].

c) Aciers ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par une remontée de la température de transition α - δ du diagramme de phase, qui fait qu'en pratique leur structure reste ferritique dans tout l'intervalle de température de la gamme thermomécanique. Leur teneur en chrome est de 12 – 20 % pour les aciers inoxydables ferritiques et supérieure à 20 % pour les aciers inoxydables super-ferritiques [9].

I.2. LE TITANE

Les compositions chimiques et les morphologies de microstructure du titane, et de ses alliages, sont extrêmement variées. Il en découle un grand nombre de propriétés, résistance à la corrosion, à l'érosion et au feu, biocompatibilité, mais aussi des performances mécaniques excellentes, comparables à celles de l'acier, parmi elles la ductilité, la résistance, et la ténacité. Le développement des applications en aéronautique, aérospatial et chimique s'explique également par la précision, la légèreté et la souplesse des pièces mises en forme [10].

L'élément Titane (Ti) est le 10^{ème} élément le plus abondant de la croûte terrestre. Il provient de deux principaux minerais :

- Le rutile : forme naturelle du bioxyde de titane : TiO_2 ;
- L'ulménite : c'est un titanate de fer impur : TiO_3Fe ;

C'est un métal de transition léger, résistant, d'un aspect blanc métallique et qui résiste à la corrosion. Il est principalement utilisé dans les alliages légers et résistants. Il possède à la fois les qualités d'élasticité et de ductilité d'un métal à cœur et en surface l'inertie chimique d'un oxyde passivant. En d'autres termes, la résistance à la corrosion et la biocompatibilité sont comparables à celles de la céramique sans toutefois présenter son caractère fragile.

C'est le TiO_2 : blanc du titane qui constitue l'essentiel du marché aujourd'hui : excellent pigment d'un blanc pur (oxyde du Titane) [11].

I.2.1. Historique

- **1790** : Il est découvert pour la première fois par **Gregor** dans des terrains sablonneux noirs. Gregor lui donne le nom de "Ménachanite" ;
- **1799** : **Klaproth** découvre un nouvel oxyde identique à la "ménachanite" et lui donne le nom de "Titane" (du latin moderne "Titanium" dérivé de "Titan" s'inspirant de la mythologie grecque qui veut dire "force") ;
- **1910** : **Hunter** obtint les premières quantités de "Titane" presque pur par réduction du tétrachlorure de Titane ($TiCl_4$) par le sodium (Na) ;
- **1940** : **Kroll** (chimiste Luxembourgeois) met au point un procédé de production industrielle du Titane ;
- Actuellement, le Titane constitue un matériau abondant et bon marché.

Les surcoûts proviennent essentiellement de sa mise en œuvre et qui tiennent compte des spécificités de ce dernier.

L'utilisation du "Titane" en médecine s'est d'abord portée vers la chirurgie orthopédique, puis vers la chirurgie cardio-vasculaire.

Depuis quelques années, le "Titane" est entré dans le domaine odontologique [11].

I.2.2. Structure et composition

I.2.2.1. Structure

Le Titane peut exister sous 2 formes cristallines qui se différencient par la nature du réseau cristallin avec transformation réversible à 882°C. Le Titane peut cristalliser dans le système Hexagonal Compact (HC); c'est le Titane alpha ($Ti \alpha$) qui constitue la forme la plus stable à température ordinaire. Il peut également cristalliser dans le système cubique centré (CC); c'est le Titane bêta ($Ti \beta$) qui existe aux températures élevées jusqu'au point de fusion. Les formes α et β constituent deux variétés allotropiques. β étant plus léger que α [11].

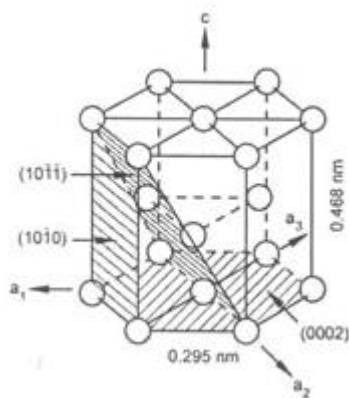


Figure I. 3 (a). Titane : structure cristalline hexagonale compacte (forme α)[11].

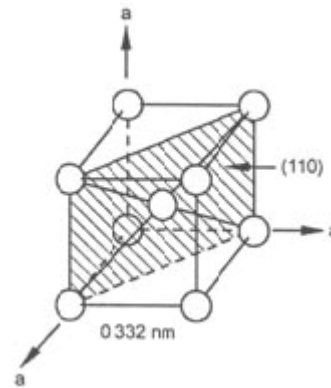


Figure I. 3 (b). Titane : structure cristalline cubique centrée (forme β) [11].

I.2.2.2. Composition

Le Titane "commerciallement pur" est en fait un alliage de Ti avec l'oxygène dans des concentrations définissant quatre degrés de pureté. Le Titane peut contenir aussi d'autres impuretés en insertion tels que l'H, N et le C. Les propriétés mécaniques du titane varient en fonction de la teneur en impuretés.

L'augmentation du pourcentage en O_2 entraîne une diminution de l'allongement à la rupture, une augmentation de la résistance à la traction et de la limite élastique à 0,2%. L'H est un élément fragilisant entraînant une diminution importante de la résistance au choc [11].

I.2.3. Les alliages du titane

Selon *Lachnitt*, il existe 3 catégories d'alliages de Ti selon la nature d'éléments d'addition [12]:

I.2.3.1. Les alliages alpha

Dans ces alliages, les éléments d'addition du Ti sont des stabilisants alpha (éléments alphagènes). Ces éléments élèvent la température de transition α - β et sont solubles dans la phase α . Ils peuvent être des métaux (Al, Sn) ou d'autres éléments (O₂, N et C). Ces atomes donnent une solution d'insertion car leurs diamètres atomiques sont inférieur de 0,59 fois par rapport à celui du métal de base (d'après Hume et Rothery). Le plus important de ces alliages est le TA5E (5% Al et 2% Sn).

Le principal reproche fait aux alliages α est leur faible résistance à la corrosion sous tension [12].

I.2.3.2. Les alliages Béta

Dans ce cas, les éléments d'addition du Ti sont des stabilisants β qui abaissent la température de transition permettant l'existence de la structure β à température ambiante. Il peut s'agir d'éléments qui cristallisent dans le système cubique centrée et qui possèdent un rayon atomique proche de celui du Ti. Dans ce cas, leur miscibilité est complète à température élevée. Ces éléments sont le vanadium (V), le niobium (Nb), le tantale (Ta) et le molybdène (Mo). Le chef de file des alliages β est le TV13CA (13% Vanadium, 11% Chrome et 3% d'Aluminium) [12].

I.2.3.3. Les alliages biphasés alpha-béta

Dans ce cas, les éléments d'addition appartiennent aux deux familles de stabilisants. Ces alliages représentent un compromis entre les propriétés des deux structures. Ils se caractérisent par une structure d'équilibre à 2 phases où la phase β ne représentant au plus que 20 % entraînant donc une plus grande malléabilité.

L'un des alliages α - β les plus important et le plus couramment utilisé en dentisterie (implantologie) est le TA6V (6% Al comme stabilisant α et 4% V comme stabilisant β) [12].

I.2.4. Propriétés du titane et de ses alliages

I.2.4.1. Propriétés physiques (Tableau I.3)

- ◆ **La densité** du titane (4,5) est la plus faible des métaux utilisés en odontologie. Ceci permet de réaliser des prothèses confortables pour le patient par leur faible poids.
- ◆ **La conductivité thermique** (21,9): valeur intermédiaire entre les alliages précieux et non précieux. Elle représente un avantage pour les couronnes sur dents vivantes en évitant des sensations désagréables de froid ou de chaud.
- ◆ **Le Coefficient de Dilatation Thermique** (CDT) ($8,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$): voisin de celui de la dentine mais plus bas que celui de la céramique feldspathique conventionnelle, il impose, pour la réalisation de couronne céramo-métallique sur une chape en titane, une céramique adaptée.
- ◆ **La température de fusion** élevée = 1720°C pose un problème lors de la mise en forme par coulée et nécessite des systèmes de pression-aspiration.
- ◆ **La transformation allotropique** à 882°C nécessite le recours à des céramiques basse-fusion en cas de TCM.

Tableau I. 3. Propriétés physiques du titane [13].

Etat ordinaire	Solide
Couleur	blanc argenté
Température de fusion	1720°C
Volume molaire	$10,64 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$
La densité	$4,507 \text{ g/cm}^3$
Conductivité électrique	$2,34 \cdot 10^6 \text{ S/m}$
Conductivité thermique	$21,9 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$
Coefficient de dilatation thermique	$8,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$

I.2.4.2. Propriétés mécaniques (Tableau I.4)

- ◆ **Le module d'élasticité** est faible en le comparant avec celui des alliages non précieux. Ce ci constitue un inconvénient pour les bridges de longue portée nécessitant

d'augmenter l'épaisseur de la travée pour obtenir une rigidité suffisante. Les bridges collés sont contre indiqués avec le titane.

- ◆ **La limite élastique** assez élevée justifie son utilisation en endodontie et son aptitude à retrouver sa forme initiale après contrainte en prothèse dentaire.
- ◆ **L'allongement à la rupture** (10 % pour le Tcp et 14% pour le TA6V) est comparable avec les alliages précieux donc le titane est un matériau malléable.
- ◆ **La dureté** est caractéristique de la pureté du titane. Elle dépend de la teneur en oxygène suivie de l'azote et du carbone. Ces derniers durcissent le métal, augmentent sa limite élastique et sa résistance à la traction et diminuent sa ductilité.

En effet, les propriétés mécaniques varient en fonction de la teneur en impuretés. Exemple: la teneur croissante en Fe ou en O₂ améliore la résistance à la rupture et élève la limite élastique du titane.

Pour les applications dentaires, la coulabilité est déterminante. Quelques alliages sont proposés tels que le Ti30Pd et le Ti50Pd.

Tableau I.4. Propriétés mécaniques du titane [13].

Propriétés mécaniques	Titane Tcp	TA6V
La rigidité en GPa	80 à 100	107
Limite élastique en MPa	750	960
Ténacité en MPa	800	980
La ductilité (L'allongement à la rupture en %)	10	14
La résistance à la traction en MPa	290 à 410	-
La dureté (VHN)	190 à 200	300

1.2.4.3. Propriétés biochimiques

◆ **La résistance à la corrosion:** le titane est un matériau très électronégatif et donc très réactif au contact de l'air, de l'eau ou de tout autre électrolyte. Il s'oxyde et forme une fine couche oxydée en surface de 10 à 20 nm: c'est le phénomène de passivation.

Cette couche d'oxyde de titane est très résistante et protège des attaques chimiques, en particulier des fluides biologiques. Elle est insoluble et empêche la libération d'ions au contact des fluides biologiques. Toutefois, la présence d'ions fluor, libérés par exemple par les gels fluorés, est susceptible de perméabiliser cette couche de TiO_2 . De même, l'agression mécanique peut détruire cette couche.

◆ **La biocompatibilité** remarquable du titane et son succès dans le domaine de la chirurgie est due à cette couche d'oxyde qui empêche le contact direct entre le métal et les tissus environnants et procure une très bonne résistance à la corrosion chimique et électrochimique.

◆ **Bactériostaticité:** La plaque dentaire ne se dépose pas sur le Ti;

◆ **Hémocompatibilité:** exceptionnelle pour le Ti (utilisation en chirurgie dans des applications intra-vasculaires);

◆ **Antimagnétisme** excellent;

◆ **Neutralité du goût:** apporte un confort au porteur des prothèses.

Chapitre

2

Nitruration

II.1. INTRODUCTION

Un traitement thermochimique est un traitement thermique effectué dans un milieu particulier. Ce milieu a pour fonction d'apporter un ou plusieurs éléments chimiques, qui vont enrichir la surface du matériau et diffuser jusqu'à une certaine profondeur [14]. Ces traitements concernent essentiellement les aciers et ils sont associés à la diffusion à une température suffisamment élevée d'un ou de plusieurs éléments : par exemple le carbone et l'azote [15]. Le but est d'obtenir des propriétés nouvelles telles que :

- Dureté plus élevée.
- Augmentation de la résistance à la fatigue par élévation des caractéristiques mécaniques superficielles et par mise en précontraint.
- Amélioration de la résistance au grippage.
- Amélioration de la résistance à la corrosion et à l'usure [5].

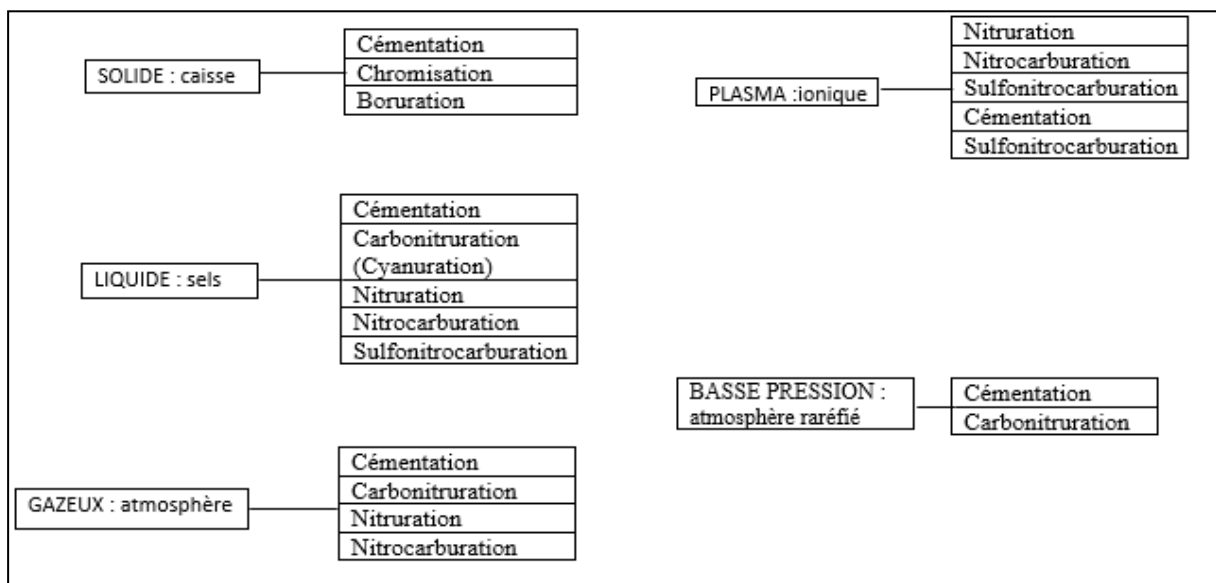


Figure II. 1. Milieux de diffusion associés aux traitements thermochimiques [16].

Les principaux traitements thermochimiques sont les suivants : La cémentation, la carbonitruration, la nitruration, boruration, oxydation, sulfuration, chromisation.

II.2. LES METHODES DE TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES

II.2.1. La cémentation

Le traitement de cémentation est un traitement thermochimique d'enrichissement superficiel en carbone (entre 0,7 et 0,9 % en masse) par diffusion dans le domaine austénitique (900 à 1050 °C selon les procédés) suivi d'une trempe et d'un éventuel revenu, afin d'obtenir

une dureté superficielle élevée (58 à 62 HRC) selon un gradient décroissant sur une profondeur donnée. Les profondeurs réalisables sont comprises entre 0,1 et 6 mm Les plus courantes sont comprises entre 0,3 et 3 mm [17] .

II.2.1.1. Principe de la cémentation

Les pièces à cémenter sont mises en présence d'un corps riche en carbone appelé ciment (Elément apportant le C). Celui-ci peut être solide, liquide ou gazeux. L'ensemble (pièce - ciment) est porté à une température élevée (875 à 925 °C) nécessaire à la diffusion du carbone.

La cémentation s'effectue en trois temps

- ❖ Production du carbone.
- ❖ Absorption du carbone à la surface de la pièce.
- ❖ La diffusion du carbone à l'intérieur de la pièce. La teneur souhaitée de carbone en surface est comprise entre 0.7 et 0.9 % de carbone.

La profondeur de la couche cémentée et la rapidité de l'opération sont fonction des trois paramètres suivants :

- a) Le pouvoir cémentant du ciment caractérisé par son potentiel carbone.
- b) La cinétique de réaction gaz-métal.
- c) La diffusion du C dans l'acier

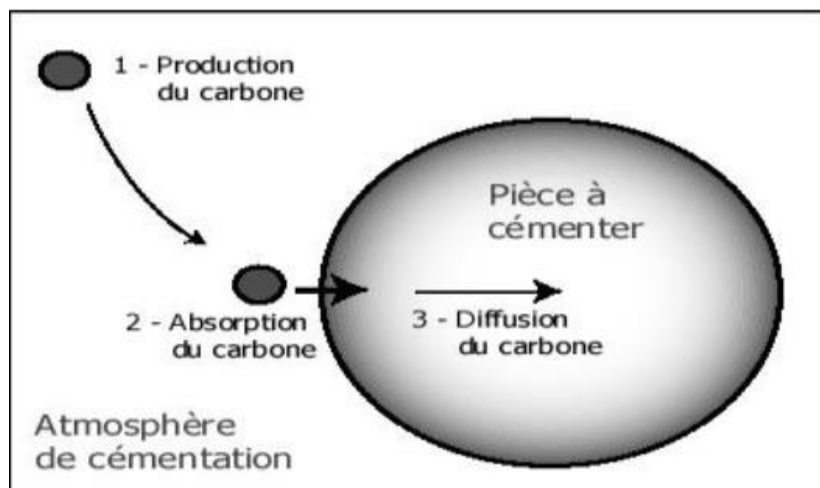


Figure II. 2. Phases de cémentation [6].

Généralement l'épaisseur de la couche à cémenter est choisie selon la température et durée de cémentation.

II.2.1.2. Technique de cémentation

On distingue trois autres procédés de cémentation, en l'occurrence la cémentation gazeuse, la cémentation dite « sous vide » et la cémentation en caisse.

1) La cémentation gazeuse

La cémentation gazeuse utilise soit le procédé à l'azote et méthanol, soit le procédé par générateur endothermique. Les conditions pour produire une atmosphère de potentiel carbone sont générées en ajoutant du gaz enrichi (gaz naturel ou de l'air dilué sur un gaz porteur endothermique pouvant être constitué à 40 % d'azote, 40 % d'hydrogène, 20 % de monoxyde de carbone (CO), et moins de 0,1 % de dioxyde de carbone (CO₂).

Les avantages principaux sont les suivants :

- La cémentation gazeuse permet de contrôler très exactement la profondeur de cémentation et elle est plus rapide que la cémentation en caisse, car le temps nécessaire pour chauffer le matériel se trouve économisé.
- La cémentation peut être suivie par un cycle de diffusion au cours duquel il n'y a pas admission de gaz, ce qui fait baisser la teneur du carbone en surface et permet d'obtenir une meilleure graduation de la couche de cémentation.

Ce procédé nécessite toutefois des investissements importants et son emploi ne peut donc être envisagé que pour des traitements de grandes séries de pièces.

2) La cémentation « basse pression »

Les cémentations « basse pression » et « assistée plasma ou ionique » sont utilisées pour le traitement de petites ou moyennes pièces, Le procédé est réalisé à température élevée dans un four à vide utilisant des gaz pulsés d'hydrocarbure tels que le propane, l'éthylène et l'acétylène en tant que milieu de cémentation.

Les avantages principaux sont les suivants :

- Une surface sans oxydant (IGD),
- Une faible distorsion, une bonne finition,
- Une bonne pénétration pour les formes complexes et les trous,
- Des performances de traitement régulières et des temps de traitement améliorés.

Ce procédé ne s'applique pas à tous les aciers.

3) *La cémentation en caisse*

Ce procédé n'est cité que pour mémoire, il n'est pratiquement plus utilisé industriellement. Le principe est de noyer les pièces à traiter dans un ciment solide à base de charbon de bois, le tout étant maintenu dans une caisse fermée portée à la température de cémentation (900 °C et 950 °C). Le ciment est constitué de carbone amorphe, généralement du charbon de bois (provenant de bois sélectionnés, exempts d'écorces) additionné d'un activateur, le carbonate de baryum $BaCO_3$. Il se présente soit sous forme de granulés reconstitués à partir d'un mélange de charbon de bois (60 à 75 %) et de carbonate de baryum (25 à 40 %) en poudre, soit sous forme de morceaux de charbon de bois finement concassés enrobés de carbonate de baryum en présence d'un lait de chaux comme fixateur. En huit heures environ, on obtient une profondeur de cémentation pouvant atteindre 1,6 mm.

Champ d'application de la cémentation :

- Pièces d'usinage contenant des éléments tels que : Cr, Mo, Ni, B).
- Les arbres, les portées de roulement à bille, les engrenages, les plaques d'usure.
- Aciers : 8620, 4320, 9310 et 17CrMo/ acier à faible teneur en carbone [18].

II.2.2. La carbonitruration

La carbonitruration est un traitement thermo-chimique de diffusion de carbone et d'azote. L'azote comme le carbone diffusent en solution solide d'insertion dans le fer, toutefois l'azote n'est pas utilisé comme le carbone pour obtenir une solution sursaturée du type martensitique après refroidissement rapide, mais seulement pour modifier les cinétiques de réaction du milieu carburant et de diffusion du carbone dans l'acier ainsi que la cinétique de la transformation martensitique [19].

Le traitement de carbonitruration donnant d'excellentes propriétés et étant d'un coût moindre que la cémentation, il s'est considérablement développé dans l'industrie mécanique de grande série.

Exemple: en 1987, 60000 tonnes/an de pièces de pignonnerie dans l'industrie automobile étaient carbonitrurées [15].

II.2.2.1. Principe de carbonitruration

La carbonitruration est généralement effectuée entre 820 et 900 °C dans une atmosphère gazeuse, en ajoutant 0,5 à 0,8 % de carbone et 0,2 - 0,4 % (< 5%) d'azote à la surface des aciers au carbone ou des aciers faiblement alliés. Après le temps de diffusion, les composants sont

directement trempés à l'huile. La profondeur cémentée atteinte n'est généralement pas supérieure à 0,7 mm environ et dépend non seulement des profondeurs de carbonituration, mais aussi de la température de durcissement, la vitesse de trempe, la trempabilité de l'acier et les dimensions du composant. Le traitement thermique est terminé par un revenu à basse température, située entre 150 et 200 °C, pour les plages de profondeur de couche cémentée les plus profondes, ce qui permet de réduire la fragilisation en fonction des circonstances tribologiques.

Application

La carbonituration austénitique est généralement appliquée avec succès aux composants fabriqués en grande série et à ceux de plus petites dimensions, où une grande résistance à l'usure est exigée et où les exigences de profondeur de couche cémentée sont comprises entre 0,1 et 0,75 mm max. Les applications concernées sont :

- ❖ Engrenages et arbres
- ❖ Pistons
- ❖ Rouleaux et roulements
- ❖ Leviers des systèmes à actionnement hydraulique, pneumatique et mécanique.

Elle améliore principalement la résistance à l'usure et la résistance à la fatigue des aciers au carbone [20].

Les avantages

- Un temps de traitement plus court.
- Une dureté plus élevée donnant aux pièces une plus grande résistance à l'usure.
- Moins de risque de grossissement du grain (la température de carbonituration est comprise entre 550 °C et 850°C contre 900 °C et 1000 °C en cémentation).
- Des variations dimensionnelles plus faibles (les transformations s'effectuent à des températures plus basses et le cœur n'est même pas transformé quand la carbonituration [15].

II.2.3. Sulfonituration

Ce traitement augmente la résistance à l'usure en améliorant considérablement le frottement par autolubrification. La profondeur traitée est de 0,2 à 0,5 mm La surface de la pièce est enrichie en soufre par chauffage vers 570 °C dans un bain de sels fondu [21].

II.2.4. Chromisation

Ce procédé de métallisation est la mise en contact du métal avec une atmosphère d'iodure ou de fluorure de chrome. Celle-ci est régénérée par réaction de l'halogène sur du chrome métallique disposé en granules. Le domaine de travail en température est de l'ordre de (850 à 1100 °C). Dans le cas du fer ou d'un acier doux, il se forme une couche de ferrite chargée en chrome de 10 à 100 microns. Compte tenu des faibles vitesses de diffusion du chrome dans l'austénite, presque tout le chrome reste fixé dans cette couche qui, a pour caractéristique d'être inoxydable, ductile et brillante [22].

II.2.5. Oxydation

Tout comme la nitruration, ce traitement est d'un usage relativement ancien. On distinguera les deux variantes que sont l'oxydation seule et l'oxynitruration.

II.2.5.1. L'oxydation seule

C'est un traitement employé essentiellement dans le domaine des aciers rapides utilisés pour la coupe. Il est effectué soit par chauffage des outils dans une atmosphère contenant de la vapeur d'eau à 550 °C avec un temps de maintien d'environ 30 minutes, soit par immersion pendant 2 heures au maximum dans un bain de sels contenant une solution de soude et de nitrate de sodium à une température voisine de 130 °C on cherche dans tous les cas à obtenir une pellicule superficielle de Fe_3O_4 qui abaisse le coefficient de frottement entre le coupeau et l'outil. Toutefois, la ténacité de cette pellicule superficielle est faible et le traitement d'oxydation seul n'est pas à recommander lorsque l'outil travaille aux chocs en raison des risques d'écaillage.

II.2.5.2. Oxynitruration

Ce traitement est fait essentiellement dans le but d'améliorer la tenue au frottement et à la corrosion des couches nitrurées. Il peut être réalisé par la voie liquide ou par la voie gazeuse, avec ou sans assistance plasma [23].

II.2.6. Boruration

Les surfaces à borurer sont polies avec du papier au carbure de silicium de granulométrie 420 grains/cm² juste avant traitement. La boruration s'effectue à l'air libre dans un environnement liquide par immersion dans un four électrique à bain de sels. Après boruration les échantillons sont refroidis à l'air calme puis nettoyés des sels qui y adhèrent de la façon suivante ; immédiatement après refroidissement, l'échantillon est plongé dans de l'eau

bouillante pendant trente à soixante minutes. Ce qui produit une dissolution progressive du résidu recouvrant l'échantillon. Un brossage doux (brosse souple) complète le nettoyage final [24].

II.3. NITRURATION

La nitruration est un traitement thermochimique ancien, dont l'application industrielle date des années 1950. Elle est surtout utilisée pour améliorer les propriétés mécaniques superficielles des pièces entièrement usinées, en améliorant notamment :

- La résistance à l'usure par augmentation de la dureté superficielle et la limite d'endurance par introduction de contraintes résiduelles de compression,
- La résistance au grippage par diminution du coefficient de frottement,
- La résistance à la corrosion par modification de la composition chimique superficielle du métal

Il est possible de nitrurer un grand nombre de matériaux, tels que les aciers de construction classiques, les aciers à outils, les aciers à dispersoïdes, les aciers maraging, les aciers inoxydables, les fontes et les alliages de titane [25].

II.3.1. Principe

De manière générale le traitement de nitruration consiste à plonger les pièces dans un milieu susceptible de céder de l'azote à la surface, à une température comprise entre 300 et 580 °C ou l'azote peut diffuser de la surface vers le cœur de la pièce. Les procédés les plus couramment utilisés sont

- La nitruration en bain de sel,
- La nitruration gazeuse,
- La nitruration ionique.

Cette dernière technique est la plus récente et bien qu'elle nécessite un investissement en équipement élevé, elle présente par rapport aux autres techniques, certains avantages comme des durées ou des températures de traitements plus faibles. La nitruration est de plus en plus utilisée pour des applications industrielles en remplacement d'un traitement de cémentation. Lorsque des pièces mécaniques exigent des tolérances dimensionnelles de grandes précisions et qu'elles nécessitent néanmoins un traitement thermochimique de durcissement superficiel, la nitruration apparaît comme le meilleur compromis [26].

Le tableau ci-dessous résume la composition des couches obtenues en fonction du procédé de nitruration

Tableau II. 1. Paramètres de traitement et structure des couches nitrurées avec plusieurs procédés de nitrurations [27].

Procédé	Nitruration à la Poudre	Nitruration en bain de sel	Nitruration Gazeuse	Nitruration ionique
Température	470 - 570 °C	570 °C	510 - 570 °C	400 – 600 °C
Durée	3 -7 h	10min -4h	36 – 96 h	10 min - 30 h
Composition de la couche	-	-	Polyphasée γ' et ϵ Fe ₂₋₃ N	Monophasée γ' ou/et Monophasée ϵ Fe ₂₋₃ N
Zone de combinaison	ϵ - Fe ₂₋₃ N	ϵ - Fe ₂₋₃ N	-	-
Zone de diffusion	Carbonitruure	Carbonitruure	Nitrures Carbonitruure	Nitrures Carbonitruure

II.3.2. Les techniques de nitruration

II.3.2.1. La nitruration en bain de sel

Aux températures de nitruration entre 500 - 580 °C, il est possible d'obtenir une réaction de nitruration à partir de la décomposition thermique d'un cyanure alcalin (potassium ou sodium). Différents bains industriellement utilisés, à base de cyanate et de carbonate peuvent être utilisés, la nitruration peut être activée par insufflation d'air, la réaction est alors plus rapide. Il est possible de former des couches de nitrure de combinaison (composé de ϵ) épaisses, mais souvent la couche de diffusion est faible et la température élevée ne permet pas d'obtenir des valeurs de contraintes importantes [28]. Le principal problème pour cette technique est le traitement des déchets et des effluents.

II.3.2.2. La nitruration gazeuse

Ce processus représente l'une des plus efficaces méthodes d'amélioration des propriétés surfaciques des outils. Du gaz ammoniac est injecté dans un four à moufle.

L'atmosphère en légère surpression et le débit du gaz dans le four, à une température donnée et pour une charge de pièces déterminée, fixent le taux de dissociation de l'ammoniac selon la réaction :



Au contact de l'acier la molécule de NH_3 subit un craquage catalytique en NH_2 , NH et H selon les réactions :



Une partie de l'azote naissant produit diffuse à la surface de l'acier, tandis qu'une autre partie réagit pour reconduire à la formation de la molécule N_2 . La diffusion d'azote dans le matériau dépend de la concentration locale en azote atomique.

- ❖ La phase α étant très rapidement saturée en azote, les phases γ' ou ε apparaissent par germination.
- ❖ Les phases γ' ou ε croissent tandis que de l'azote continue à diffuser dans la structure de l'acier. La croissance de γ' ou ε conduit à la formation de la couche de combinaison alors que celle-ci alimente la zone de diffusion :

Couche de combinaison/zone de diffusion : $\varepsilon, (\varepsilon + \gamma'), \gamma' \rightarrow \alpha + \lambda', \alpha$

Comme il est indiqué dans le principe général des différents procédés, les phases γ' et ε ayant des teneurs différentes en azote, on peut donc concevoir qu'un contrôle précis du potentiel azote (ou de l'activité de l'azote de l'atmosphère) permet de maîtriser la nature des phases formées.

Le potentiel azote est défini selon la loi d'action de masse de la réaction de dissociation de l'ammoniac :



La profondeur de la couche de diffusion dépend essentiellement du temps, de la température et du potentiel azote en surface. Pour les aciers à outils de travail à chaud, la profondeur nitrurée ne doit pas dépasser 300 μm , afin d'éviter la fissuration superficielle [6].

II.3.2.3. La nitruration ionique (assistée par plasma)

Procédé de durcissement de la surface des métaux, le substrat est relié à un potentiel cathodique et exposé à un plasma d'azote/hydrogène à des températures élevées [29].

Dans une enceinte contenant un mélange gazeux à base d'azote sous une pression de 10 à 1×10^3 Pa, on applique une tension continue, comprise entre deux électrodes. L'échantillon à traiter fait office de cathode et les parois de la cuve d'anode. Le courant et la tension sont choisis de manière à provoquer une décharge luminescente qui conditionne le départ et l'accélération des électrons libres de l'échantillon métallique vers les surfaces anodiques du four. Lorsque ces électrons entrent en collision avec les molécules de gaz proches de la surface de l'échantillon, celles-ci s'ionisent, c'est-à-dire qu'elles libèrent un ou plusieurs électrons de valence qui peuvent percuter d'autres molécules et libérer ainsi d'autres électrons. De plus, le champ électrique au voisinage de la cathode et de l'anode est suffisamment élevé pour provoquer ainsi l'ionisation des atomes de l'atmosphère gazeuse au voisinage des pièces.

L'ensemble des particules ionisées constitue ainsi le plasma dans lequel les ions négatifs formés sont attirés par l'anode tandis que les ions positifs sont attirés par la cathode. C'est le cas des ions azote, qui sont majoritairement positifs et sont attirés par la pièce à traiter. L'interaction entre les ions azote et la matière conduit alors à un processus d'absorption et, suivant les paramètres de traitement, à la formation de nitrures et à la diffusion d'azote atomique à travers la section de la pièce. Le problème pour cette technique est l'impossibilité de dissocier la création du plasma de l'échantillon. En effet, pour des pièces de formes complexes, il se produit des phénomènes de cathode creuse avec un échauffement local de la pièce. C'est pourquoi de nouveaux systèmes sont actuellement développés dans le but de créer le plasma par des électrodes secondaires[26].

II.3.3. Mécanismes de formation des couches nitrurées

La détermination de la nature des phases cristallines formées durant la nitruration des aciers nécessite la connaissance des diagrammes d'équilibres, dans la pratique l'équilibre thermodynamique n'est certainement pas atteint néanmoins les diagrammes donnent une indication intéressante sur la nature des phases susceptibles d'être formées. Le diagramme fer-azote représente les domaines d'existence des phases métallurgiques selon la teneur en azote et la température.

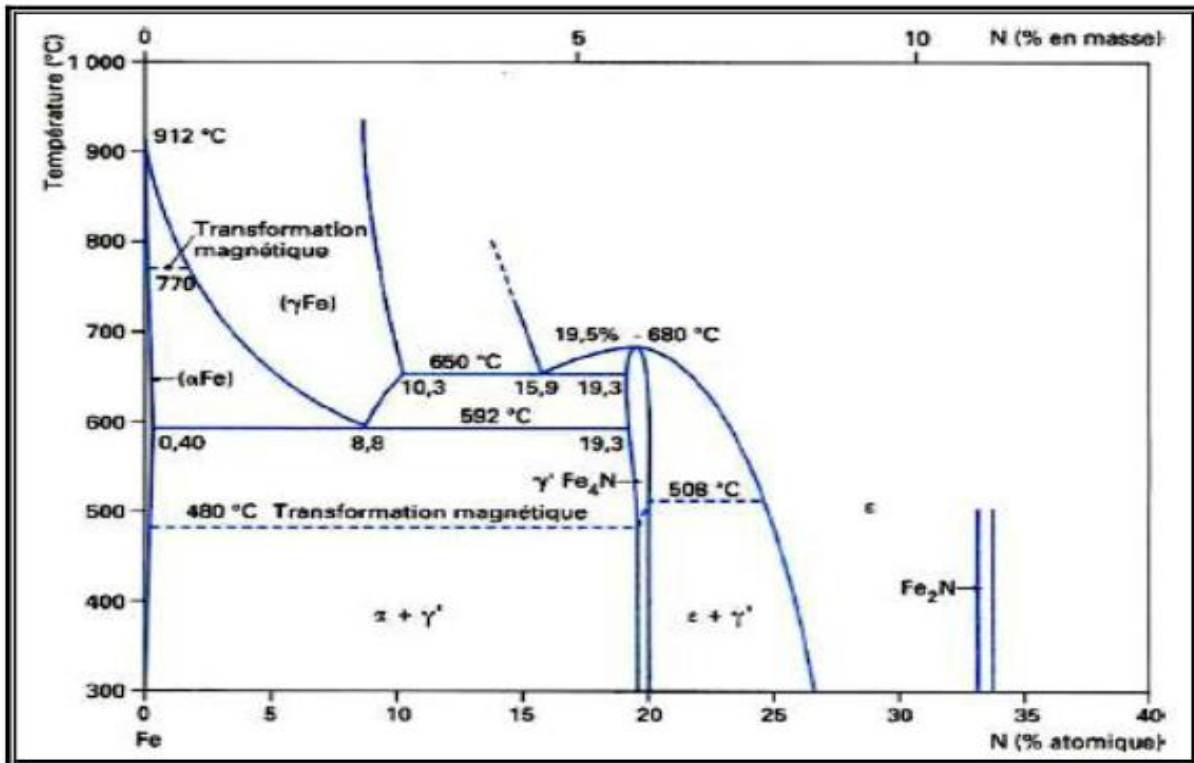


Figure II. 3. Diagramme d'équilibre Fer- azote [30].

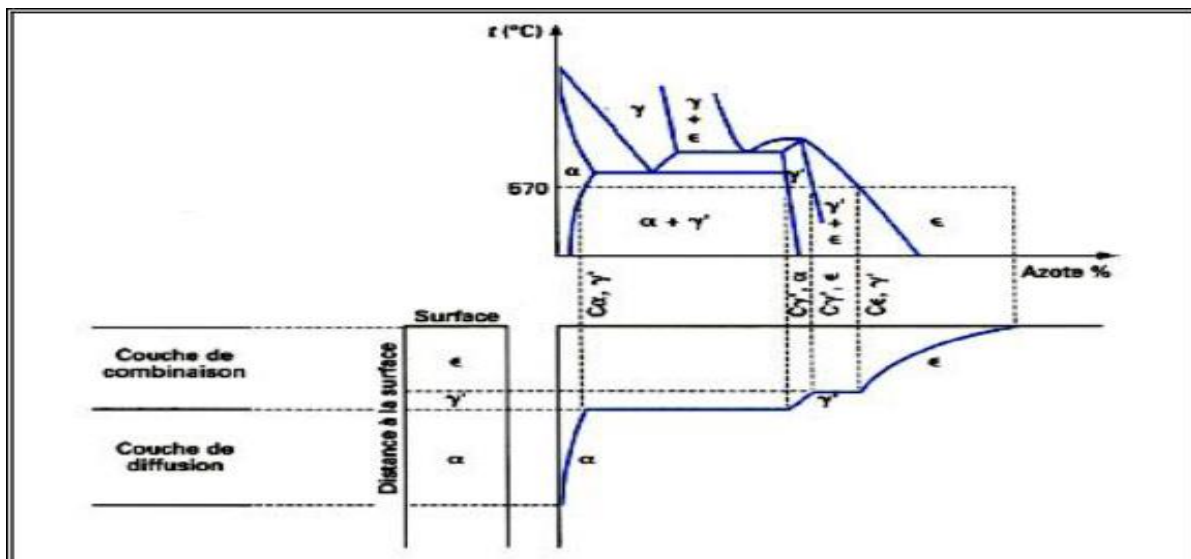


Figure II. 4. Relation entre le diagramme d'équilibre Fe - N et la courbe concentration pénétration [31].

Les caractéristiques cristallographiques des différentes phases de ce diagramme sont regroupées dans le tableau II.2. La limite de solubilité de l'azote dans la ferrite dans l'intervalle de température 400 – 580 °C est très faible (< 0,1 % en masse). Dès que cette limite a été dépassée, il y a formation de nitrides de fer γ ou ϵ .

Cependant, dans les aciers, on ajoute des éléments d'alliages pour améliorer certaines propriétés et notamment l'aptitude à la trempe. Dans ce cas, la présence d'éléments d'addition

vient fortement perturber les domaines d'existence des phases déjà répertoriées et provoque également l'apparition de nouvelles phases. Les éléments d'addition les plus couramment rencontrés sont le chrome, le vanadium, le molybdène, le titane, le manganèse qui sont tous capables de former des carbures, des nitrures, des carbonitrures. Dans les aciers dits de nitruration, les éléments d'addition sont destinés à favoriser la germination [28].

Tableau II. 2. Caractéristiques cristallographiques des phases du système Fer – azote[28].

Phases	Structure cristalline	Paramètres cristallins	Teneur (% N massique)
α	C.C	0,2866 0,2864 (0,11 m. % N)	0,1 % à 590 °C 0,003 % à 200 °C
γ	C.F.C	0,361 (1,42 m. % N) 0,365 (2,76 m. % N)	
γ' (Fe ₄ N)	C.F.C	0,3795	Max 5,75 % Min 5,3 %
ε (Fe ₂₋₃ N)	H.C	a = 0,27 c = 0,4371	Max 10,75 % Min 7,25 %

II.3.4. Structure et microstructure des aciers nitrurés

Le traitement de nitruration provoque des changements métallurgiques importants dans le matériau traité et quel que soit le traitement utilisé, les couches nitrurées d'aciers peuvent toujours être décrites suivant le schéma suivant :

- Une couche de combinaison composée en proportion variables de nitrure de fer de type Fe₄N ou Fe₂₋₃N. L'épaisseur de cette couche située en extrême surface peut varier de 0 à 50 μm . Elle porte également aussi le nom de couche blanche à cause de son aspect métallographique après une attaque au Nital.
- Une couche de diffusion dont l'épaisseur peut varier de quelques dizaines de microns à 1 mm. Dans cette zone, l'azote est principalement combiné avec les éléments d'alliages pour former des nitrures intergranulaires qui peuvent conduire à des durcissements importants selon les éléments d'alliages.
- Le cœur du matériau qui n'est pas modifié que par le traitement thermique subi durant la nitruration.

a) Couches de combinaison

Les phases majoritaires sont les structures de $\text{Fe}_4\text{N} - \gamma'$ et $\text{Fe}_{2-3}\text{N} - \varepsilon$:

✓ Le nitrure Fe_4N

Ce nitrure possède une symétrie cubique (Figure II.5a), il n'est stable qu'en dessous de 680°C . La maille de fer possède quatre atomes de fer en coordonnées et un atome d'azote. Les atomes de fer forment un réseau cubique à faces centrées (CFC) et l'atome d'azote occupe de façon ordonnée un quart des sites octaédriques du cristal en formant une structure cubique simple. Ce nitrure est le premier à se former dans la série des nitrures de fer, car il précipite dès les basses températures et ne nécessite qu'une teneur locale en azote de l'ordre de 20 % atomique. Son affinité pour le carbone est par ailleurs très faible puisque seulement 0,2 % massique de carbone peut être dissous dans sa structure. De plus, cette phase améliore la résistance à la fissuration.

✓ Le nitrure Fe_{2-3}N

Ce nitrure possède une maille élémentaire de symétrie hexagonale (Figure II.5b), les atomes de fer forment un réseau Hexagonal Compact (HC) déformé par la présence d'éléments interstitiels qui se placent dans les sites octaédriques. Cette phase possède un domaine de composition important qui s'étend de 8,25 à 11 % massique en azote.

Le remplissage progressif de sites octaédriques génère une structure HC d'atomes d'azote dont le paramètre de maille varie également suivant la fraction d'azote présente dans le réseau.

Cette phase, est le plus souvent appelée carbonitrure ε tant son affinité pour le carbone est grande ; la teneur en carbone dans cette phase peut atteindre jusqu'à 3 % massique. C'est d'ailleurs un moyen d'obtenir des couches de combinaison monophasées ε par nitruration ionique. Par ailleurs, de nombreux auteurs s'accordent sur la grande dureté et les bonnes propriétés tribologiques de cette phase et sa ductilité accrue par rapport à la phase γ' . Elle permet entre autre d'améliorer la résistance à l'usure en évitant certains problèmes d'adhésion.

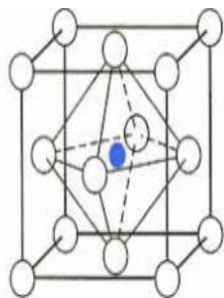


Figure II. 5a. Structure du nitrure $\text{Fe}_4\text{N} - \gamma'$.

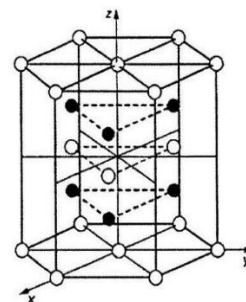


Figure II. 5b. Structure du nitrure $\text{Fe}_{2-3}\text{N} - \varepsilon$.

b) Couche de diffusion

Sous la couche de combinaison, les atomes d'azote provenant du composé diffusent vers le cœur du matériau ainsi que le prévoient les lois de Fick. La diffusion dans la ferrite peut être décrite par une loi donnant la densité de flux J_D . Dans le cas où la diffusion est uni axiale, on a :

$$J_D = -D \frac{\partial c}{\partial z} \quad (\text{II.6})$$

D est le coefficient de diffusion macroscopique exprimé en cm^2/s . Cette relation n'est valable que pour des faibles concentrations d'azote. Ce coefficient de diffusion macroscopique

D varie, en première approximation, avec la température suivant une loi de type Arrhenius :

$$D = D_0 \exp \frac{-\Delta H_d}{RT} \quad (\text{II.7})$$

ΔH_d est l'enthalpie de diffusion en joule,

R la constante des gaz parfaits,

T la température en kelvin (K).

D_0 est constant en première approximation.

Les lois de conservation de la matière permettent d'écrire la seconde loi de Fick dans le cas uni axiale :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left(D \frac{\partial c}{\partial z} \right) \quad (2.8)$$

L'équation est bien évidemment insuffisante pour décrire convenablement la courbe réelle de concentration d'azote. En effet, deux phénomènes sont à l'origine des insuffisances de ce modèle simple : la concentration de surface n'est pas forcément à l'équilibre ; ou bien le flux de transport de l'azote à la surface est limitatif. Localement, un phénomène de piégeage de l'azote sur les précipités limite le transport en volume. D'après l'équation, on constate que la profondeur efficace de nitruration suit une loi en fonction de temps (t) pour une température donnée, c'est ce qui est souvent observée [31].

Chapitre

3

**Méthodologies
expérimentales**

III.1. INTRODUCTION

Ce chapitre décrit deux types de matériaux étudiés et la méthodologie de la préparation des échantillons avec les techniques de caractérisations de ces métaux et les différents équipements utilisés. Les expériences de notre travail ont été réalisées au niveau de laboratoire de l'entreprise l'ETRAG.

L'objectif étant l'étude des couches formées au cours de traitement de la nitruration en bain de sel par une série des techniques d'analyses qui sont réalisés au niveau de laboratoire pour l'identification des échantillons à savoir : la métallographie et la diffraction des rayons X. par ailleurs, une étude du comportement mécanique sera réalisée par un système d'indentation Vickers pour exprimer la dureté des couches nitrurées.

III.2. DESCRIPTION DES MATERIAUX ETUDIÉS

Dans notre étude, nous avons étudié deux types de matériaux qui sont :

Le titane Ti-5Al-4Mo et l'acier C22.

- Le premier échantillon est l'alliage Ti-5Al-4Mo dont le nom commercial est BETACEZ (β -CEZ), il est de type bêta métastable, également fourni par la société CEZUS (France) sous forme de barreau cylindrique, découpé ensuite aux dimensions souhaitées, sa composition chimique est donnée dans le tableau III.1.

Tableau III. 1. La composition chimique de Ti-5Al-4Mo (en % massique).

Elément	Ti	Fe	Sn	Cr	Zr	Mo	Al
Ti-5Al-4Mo	Complément	1	2	2	4	4	5

- Le deuxième échantillon utilisé dans cette étude est le C22, c'est un acier non allié de construction à hautes caractéristiques qui est utilisé pour des pièces sensibles. L'analyse chimique de C22 donne la composition suivante en % :

Tableau III. 2. La composition chimique de C22 (en % massique).

Elément	C	Si	Mn	P	S
C22	0.16 - 0.22	0.15 - 0.35	0.4 - 0.7	≤ 0.035	≤ 0.035

Leur composition chimique (en % massique) est identifiée par un Spectromètre d'analyse de composition **SOLAIRIS CCD PLUS**, il est spécifique pour les métaux seulement, au niveau de laboratoire d'analyse de l'entreprise des tracteurs agricoles (**ETRAG**).



Figure III. 1. Spectromètre (Solaris CCD Plus)

III.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS

La préparation des échantillons est effectuée sur plusieurs étapes. Il est présenté comme suit :

III.3.1. Découpage des échantillons

Cette étape est effectuée par l'utilisation d'une tronçonneuse lubrifiée avec un liquide pour éviter l'échauffement du métal aux cours de découpage.



Figure III. 2. Tronçonneuse lubrifiée.

III.3.2. Polissage

Ce traitement est réalisé après le découpage des échantillons pour but d'obtenir une surface plane et lisse avec un degré de rugosité minimale. Il est effectué à l'aide d'une polisseuse.

On réalise le polissage mécanique sous l'eau et sur papiers abrasifs de granulométries croissante (50, 150, 400, 600, 800, 1000 μm) puis en termine par un polissage de finition, réalisé sur drap de feutre pour obtenir à la fin une surface celui d'un miroir.

Après l'opération de polissage, on fait un rinçage des échantillons avec un alcool pour les protéger contre la corrosion.



Figure III. 3. Table de polissage.

III.3.3. Attaque chimique

Afin de révéler la microstructure des échantillons étudiés pour le C22, on prépare un mélange de deux réactifs (4 ml acide nitrique, 100 ml éthanol) dit **Nital 4 %**. Le réactif d'attaque chimique le plus commun pour le titane est le réactif de **Kroll** (100 ml d'eau + 3 ml d'acide hydrofluorique HF + 6 ml d'acide nitrique). La concentration peut varier selon l'alliage et peut être ajustée individuellement. Cela colore la phase β en marron foncé.

Puis, on fait un mouillage de toute la surface par la solution préparée plusieurs fois. On termine par une étude microscopique pour voir la microstructure de nos échantillons.



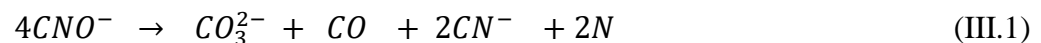
Figure III. 4. Bouteille d'un mélange acide nitrique et éthanol (Nital 4%).

III.4. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

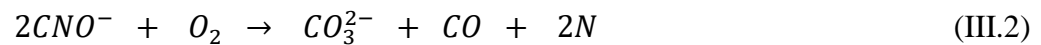
III.4.1. Mise en œuvre du traitement de nitruration en bain de sels

Les bains industriellement utilisés sont des bains à base de cyanure et de carbonate aérés par insufflation d'air. L'élément nitrurant est le cyanate CNO^- qui se décompose suivant une double réaction de dismutation et d'oxydation :

Réaction de dismutation :



Réaction d'oxydation :

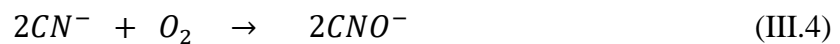


L'oxygène est apporté à la surface par l'air ambiant et par l'air comprimé introduit dans les bains.

Il s'y ajoute une réaction de carburation par le monoxyde de carbone introduit :

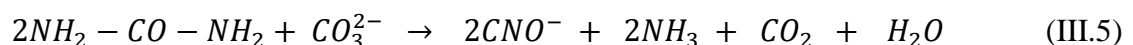


L'essentiel des cyanures produits au cours de la réaction (3.1) est reconverti en cyanate directement par oxydation :



L'épuisement du cyanate aboutit à la formation de carbonate qu'il faut reconvertir en cyanate par régénération à l'aide d'un sel spécial dont la nature exacte constitue le savoir-faire des procédés commercialisés sous les marques SURSULF et TENIFER (TF1).

Le principe est d'utiliser un composé de type amine, comme l'urée, qui donne la réaction :



Cette réaction doit être contrôlée de façon à limiter les teneurs en vapeur d'eau et en ammoniac dans le bain. La vapeur d'eau conduit à une augmentation du pouvoir oxydant du bain avec une tendance à former des oxydes avec les sels, entraînant une pollution du bain et une mauvaise qualité des couches (porosité importante).

L'ammoniac NH_3 augmente le pouvoir nitrurant du bain mais favorise la croissance rapide des couches avec formation de porosité.

La composition massique d'un bain ainsi contrôlé est la suivante [12]:

Tableau III. 3. Composition des bains de sels activés [32].

Composition	% massique
CNO^-	30 à 38 %
CN_3^{2-}	18 à 20 %
CN^-	0 à 3 %

La composition du bain de sels est contrôlée régulièrement par dosage chimique et son efficacité est vérifiée par des contrôles micrographiques sur un échantillon de référence. La température d'utilisation de ces bains se situe entre 570 à $580^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ avec une durée de traitement de 12 heures.

Le procédé que nous avons utilisé est le procédé TENIFER employé au niveau du *Complexe ETRAG de CONSTANTINE*. C'est un traitement thermochimique breveté. Il est basé sur la diffusion d'azote en surface de nos échantillons.

III.5. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS

Des techniques métallographies et spectrales sont réalisés pour caractériser la structure des échantillons. Ils sont présentés comme suit :

III.5.1. Caractérisation métallographique

L'étude métallographique a été faite à l'aide d'un microscope optique de marque **ZWICK Roell**, relié à un système d'acquisition numérique, qui permet d'évaluer l'évolution microstructurale. Eclairant l'objet à travers l'objectif lui-même, l'échantillon doit pouvoir réfléchir la lumière ; pour lui conférer l'aspect miroir, les échantillons ont subi un polissage mécanique.



Figure III. 5. Microscope optique ZWICK Roell.

III.5.2. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. Cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement des atomes constitutifs de façon périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels [32].

Elle donne des informations sur la pureté, la cristallinité et la valeur des paramètres cristallographiques.

Les diffractogrammes sont enregistrés avec la radiation ($CuK\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$). Dans le cas d'une simple identification des phases, un domaine angulaire de 20 à 90° (en 2θ).

Cette technique permet d'identifier les différentes phases en présence dans l'échantillon si celles-ci sont en quantité suffisante (on estime qu'une fraction volumique inférieure à 5 % serait difficilement détectable en diffraction X) et si la taille des objets diffractant n'est pas trop petite.

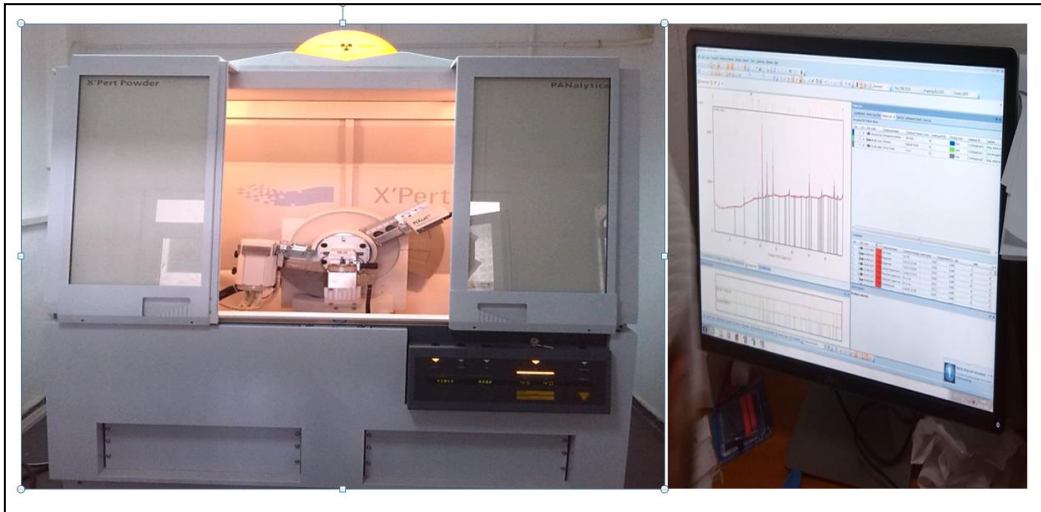


Figure III. 6. Diffractomètre « X'Pert Power » (Plate forme de Mécanique-Univ Constantine 1).

III.5.2. Caractérisation mécanique (Dureté Vickers)

La mesure de la dureté des tôles minces et revêtement superficiels nécessite des essais sous très faible charge, dont la profondeur d'empreinte ne dépasse pas 1/10 de l'épaisseur du matériau testé.

Par Analogie à un essai Vickers, l'échelle microscopique de l'essai s'effectue sous une charge de quelques grammes à quelques centaines de grammes. L'appareil utilisé comporte une colonne de microscope optique en réflexion, qui permet de viser la zone souhaitée sur un échantillon poli. Le pénétrateur Vickers est ensuite placé dans l'axe optique pour effectuer l'essai, puis le microscope permet de mesurer les diagonales de l'empreinte : de quelques μm à quelques dizaines de μm . On peut ainsi mesurer par exemple la dureté des différentes phases d'un matériau ou le profil de dureté obtenu sur une surface traitée ou usinée [33].

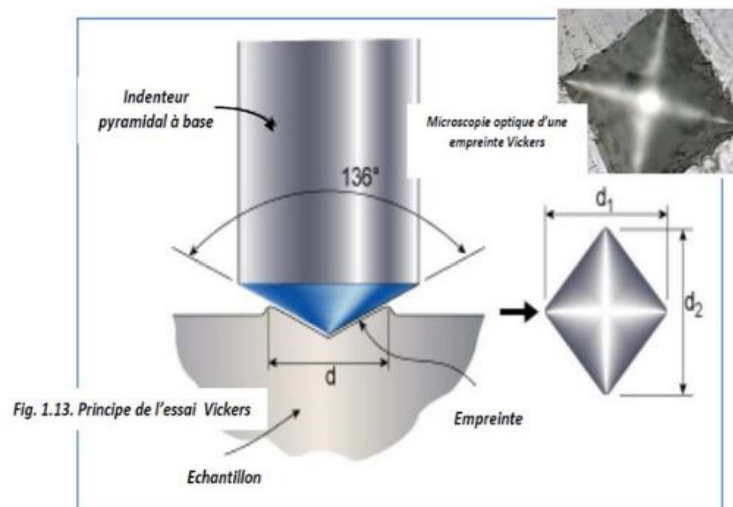


Figure III. 7. Indenteur et l'empreinte d'indentation.

Le type de microduromètre utilisé au niveau de l'entreprise l'ETRAG est **ZWICK / Roell** avec une charge de **300 g**. La dureté Vickers HV est reliée à la longueur de la diagonale de l'empreinte (d) et à la charge appliquée par la relation :

$$HV = \frac{1.854 F}{9.81 d^2} \quad (\text{III.6})$$

Avec :

F : la charge appliquée en N.

d: la diagonale de l'empreinte en mm.



Figure III. 8. Le microduromètre ZWICK/Roell.

Chapitre

4

Résultats et discussions

IV.1. INTRODUCTION

Le but de cette partie expérimentale est l'étude de la nitruration de deux types de matériaux l'acier au carbone C22 et l'alliage de titane Ti-5Al-4Mo (β -CEZ) en bain de sels. Des caractérisations physico-chimiques et mécaniques ont été effectuées dans le but d'identifier les types de nitrure de fer obtenus et de déterminer leurs propriétés. Les techniques qui ont été employées sont : la microscopie optique, microdureté Vickers, la diffraction des rayons X avant et après traitement.

IV.2. CARACTERISATION DES DEUX MATERIAUX A L'ETAT BRUT (AVANT TRAITEMENT)

IV.2.1 Composition Chimique

Afin de confirmer la composition chimique donnée par le fournisseur, les compositions chimiques de ces deux matériaux à l'état de réception (brut) ont été analysées par un Spectromètre d'analyse de composition **SOLAIRIS CCD PLUS** et elles sont données dans les tableaux IV.1 et IV.2

Tableau IV. 1. Certificat de la composition chimique de l'acier C22.

Elément	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
C22 (%)	0.22	0.43	0.45	0.012	0.017	0.10	0.10	0.01

Les résultats du tableau montrent que les pourcentages des éléments d'alliages de carbone C est dans les normes ainsi que les autres éléments d'addition à part une augmentation faible du pourcentage chimique de l'élément Si mais celui-ci n'a pas une grande importance sur le comportement de cet acier.

Tableau IV. 2. Certificat de la composition chimique de l'alliage Ti-5Al-4Mo.

Elément	Fe	Cr	Sn	Al	Zr	Mo	Ti
Ti-5Al-4Mo (%)	0.808	1.36	3.15	4.36	5.33	6.93	78.1

On note une différence dans la composition de l'alliage Ti-5Al-4Mo donnée par le fournisseur en particulier la différence dans le pourcentage des éléments Mo et Zr. Cependant cette différence n'est pas un handicap pour mener à bien notre étude; car cet alliage présente une concentration en titane élevée ce qui est essentiel pour nous.

IV.2.2. Caractérisation métallographique

L'étude au microscope optique permet d'étudier la microstructure des matériaux. Les échantillons sont prêts à l'observation au microscope optique après une attaque chimique. Cette attaque chimique se fait à la température ambiante, permet une observation de la section droite de l'échantillon traité sur un microscope optique équipé d'une caméra et relié à un micro-ordinateur.

La figure IV.1 représente la microstructure de l'acier C22 à l'état brut (état de réception), obtenue par microscope optique.

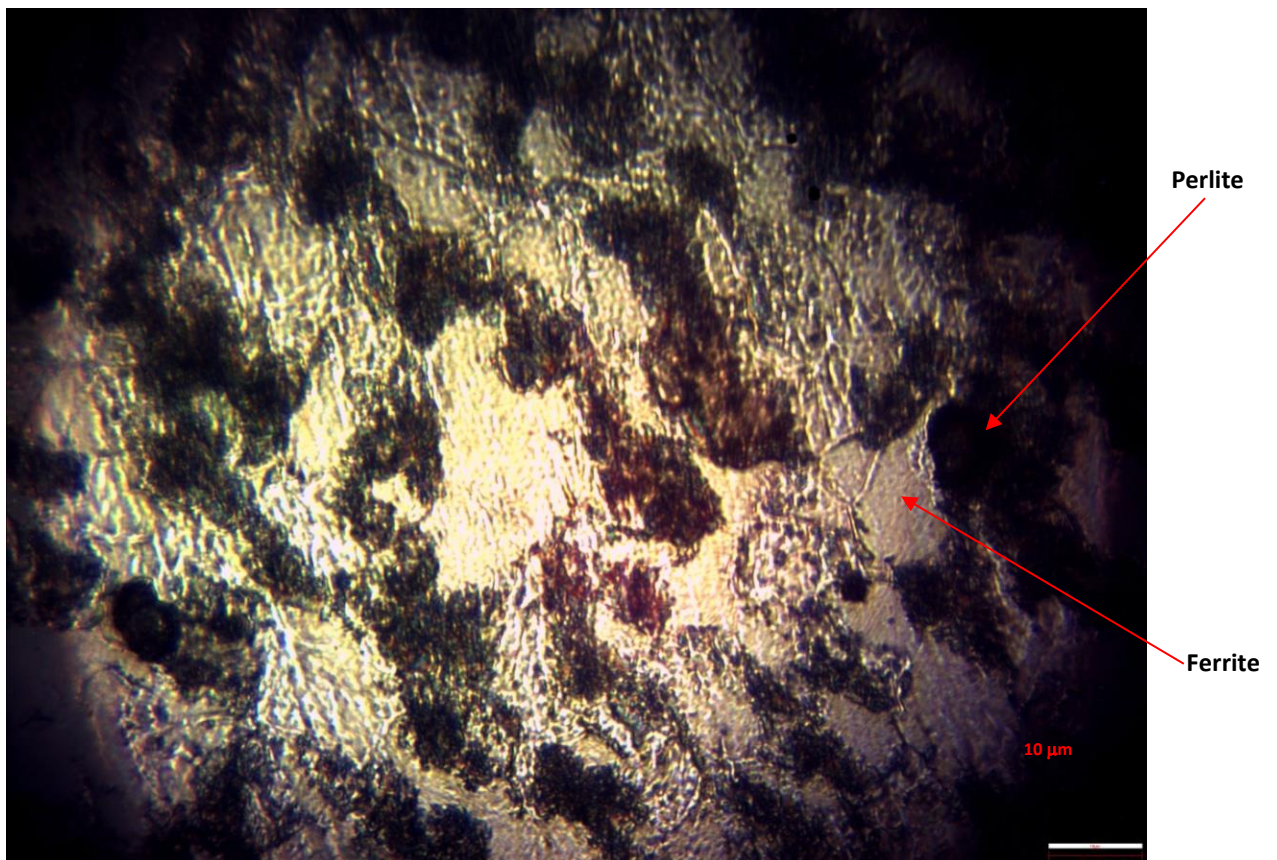
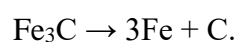


Figure IV. 1. Micrographie de l'acier C22 à l'état brut.

On constate que cet acier présente une structure bi-phasique qui est composée de la ferrite α et de la perlite (ferrite + cémentite Fe_3C) qui apparaît en brun ou en couleur sombre.

La cémentite est un composé métastable, qui tend à se décomposer en ferrite α et en graphite si l'on attend « suffisamment longtemps » :



Quant à la microstructure de l'alliage Ti-5Al-4Mo (figure IV.2), elle présente une microstructure homogène caractéristique d'un système biphasé ($\alpha + \beta$) sous forme de cellules α contenant des lamelles de la phase β .

D'après la classification des éléments d'alliages du titane, la phase α est une solution solide d'insertion, de structure hexagonale. La phase β est une solution solide de substitution d'éléments bétagènes de structure cubique centrée.

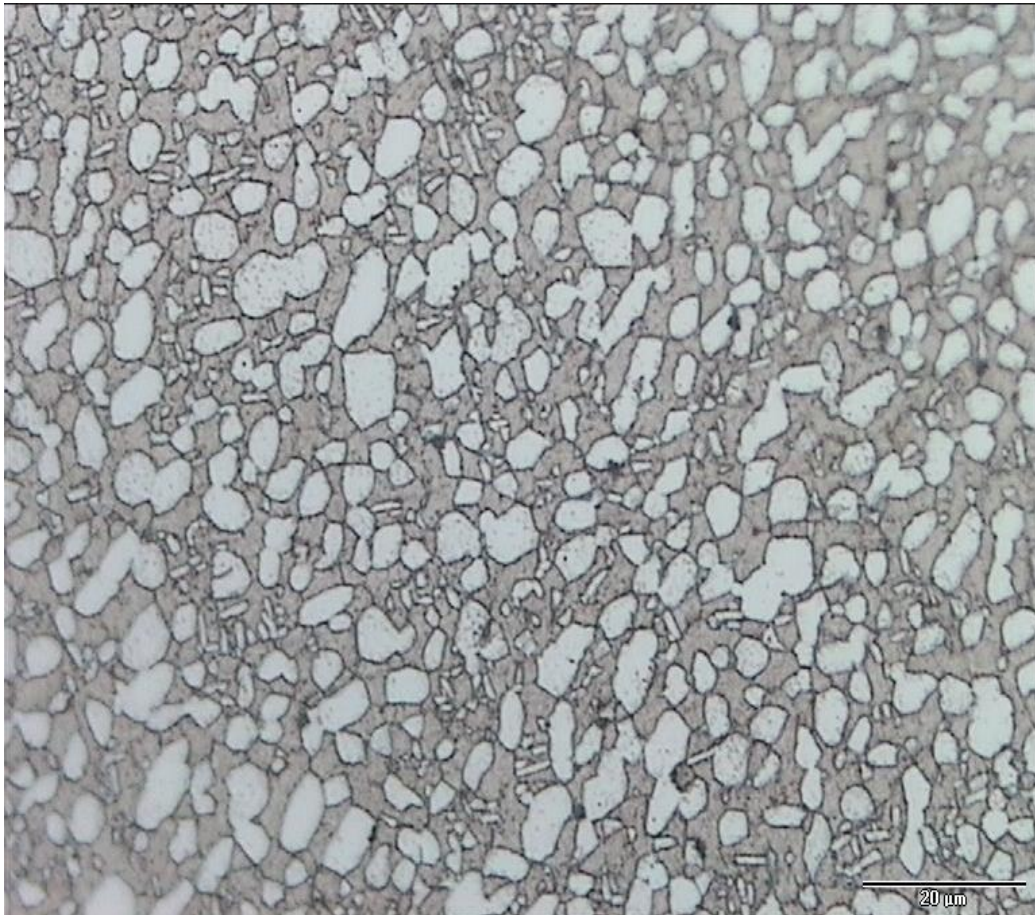


Figure IV. 2. Microstructure du Ti-5Al-4Mo à l'état initial.

Cette structure montre deux différentes phases. Une phase apparaît sombre (α) et l'autre en clair (β). D'après la classification des éléments d'alliage du titane : la phase α est une solution solide de structure hexagonale ; elle peut être une solution solide d'insertion. La phase β est une solution solide de substitution des éléments bétagène, elle a une structure cubique centrée.

Cet alliage est de type bêta métastable, il contient essentiellement des éléments bétagènes. A la température ambiante leur structure est cubique centrée. Il devient instable vers 350°C.

IV.2.3. Caractérisation par diffraction des rayons X

La Figure IV.3 montre les spectres de diffraction des rayons X pour l'acier C22 à l'état brut.

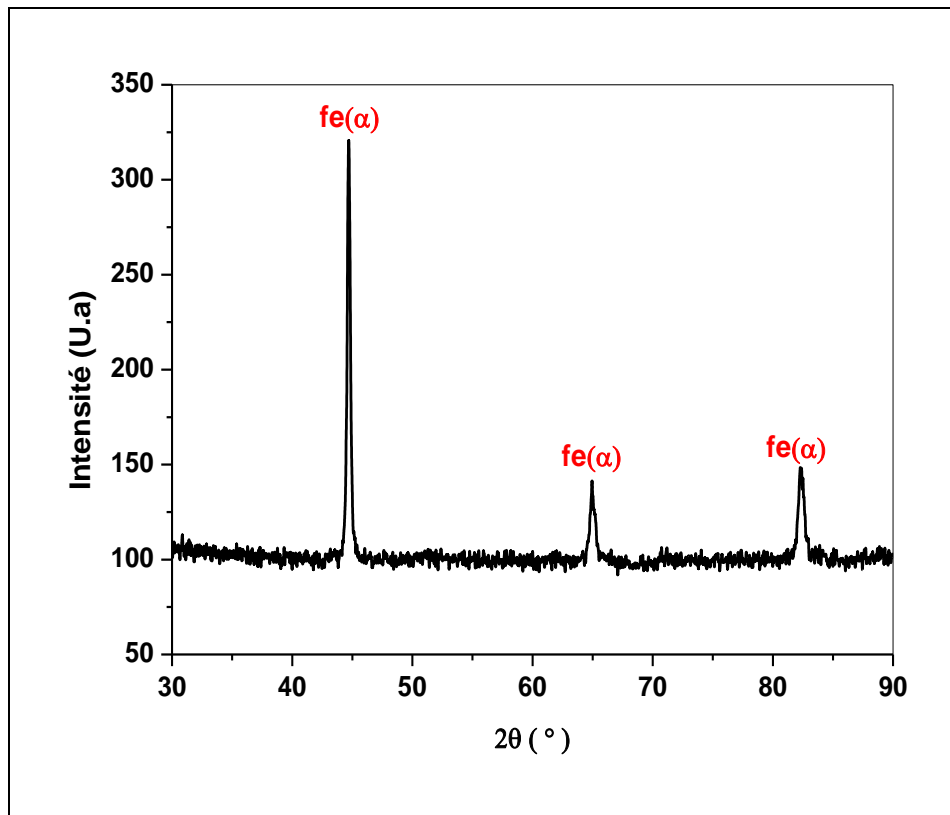


Figure IV. 3. Diffractogrammes des RX de d'acier C22 à l'état brut.

On remarque que la ferrite (α) produit un pic de diffraction à des endroits différents puisque la quantité d'une phase dans l'acier est proportionnelle à l'intensité intégrée de son pic de diffraction. Aucune distinction n'a été faite entre les phases de ferrite et de perlite en raison que le pourcentage du carbone est inférieur à 0.5 %.

Afin de vérifier la structure de l'alliage Ti-5Al-4Mo, un cliché de diffraction à l'état brut (uniquement poli) a été effectué. La diffraction des rayons X a été réalisée sur des plaquettes d'une surface de 1 cm². Les diagrammes ont été enregistrés pour des valeurs de 2θ variant de 20 à 80° afin d'observer les pics les plus significatifs. La figure IV.4 montre les pics de Ti hexagonal (α) et les pics de Ti cubique (β).

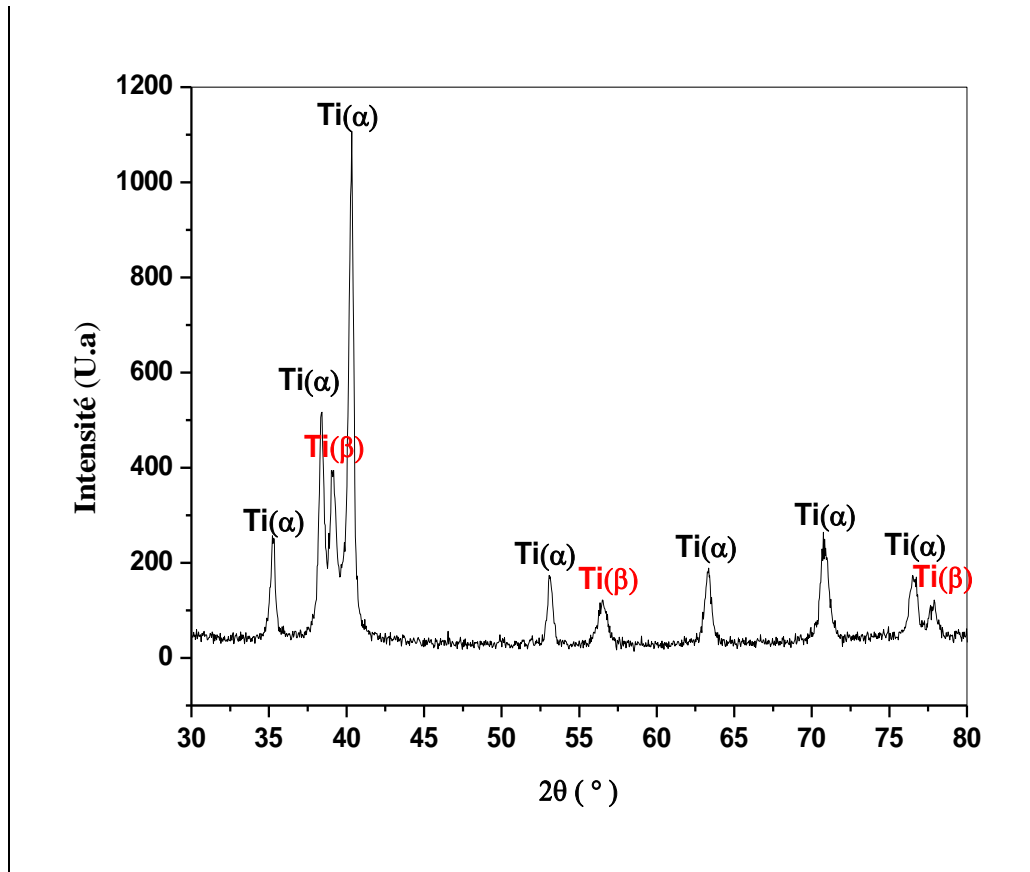


Figure IV. 4. Diffractogrammes des RX de l'alliage Ti-5Al-4Mo à l'état brut.

IV. 3. CARACTERISATION DES DEUX MATERIAUX APRES TRAITEMENT DE NITRURATION

L'objectif de cette étude est de montrer les avantages apportés par un traitement de nitruration en bain de sels sur les propriétés physico-chimiques de nos matériaux (Ti-5Al-4Mo et le C22).

Le traitement de la nitruration a pour objectif de modifier l'état de surface en conservant un cœur inchangeable, tous les échantillons ont été traités à une température de 580 °C selon le procédé TENIFER, la nitruration présente l'avantage de ne modifier que très faiblement les géométries et l'état de surface des pièces traitées.

On caractérisera la surface des échantillons nitrurés par micrographie, DRX et microdureté, ensuite on effectuera une étude comparative entre les deux matériaux présentés.

IV.3.1. Caractérisation métallographique

Le traitement de nitruration a modifié la structure globale des pièces des aciers traités. Donc, nous allons examiner la microstructure des couches et des phases formées après ce

traitement en utilisant un microscope optique, la mesure de la profondeur de nitruration par observation métallographique est une autre méthode d'évaluation performante.

Des observations au microscope optique ont permis de délimiter la zone de nitruration de l'acier C22 traité pendant 12 heures qui est réalisée en phase ferritique (figure IV.5), nous distinguons deux zones : une zone bien contrastée qui représente la couche de combinaison et une zone moins contrastée représentant la couche de diffusion.



Figure IV. 5. Coupe transversale de l'acier C22 nitruré à 580°C pendant 12 h.

Sur cette figure (IV.5), on note une succession de couches depuis la surface. Il est important de noter que la température joue un rôle très important dans le processus de nitruration du fait que la diffusion de l'azote est avant tout un phénomène activé thermiquement.

La coupe transversale montre que l'épaisseur de la couche de combinaison (couche blanche) est de l'ordre de 15 µm, elle est une couche biphasique poreuse, composée de nitrures de fer ϵ et γ' dont l'épaisseur varié en fonction du temps de maintien en bain.

La profondeur de la couche de diffusion peut être estimée par les tests de la microdureté Vickers.

Des observations au microscope optique ont permis de délimiter la zone de nitruration pour l'alliage **Ti-5Al-4Mo** (Figure IV.6).

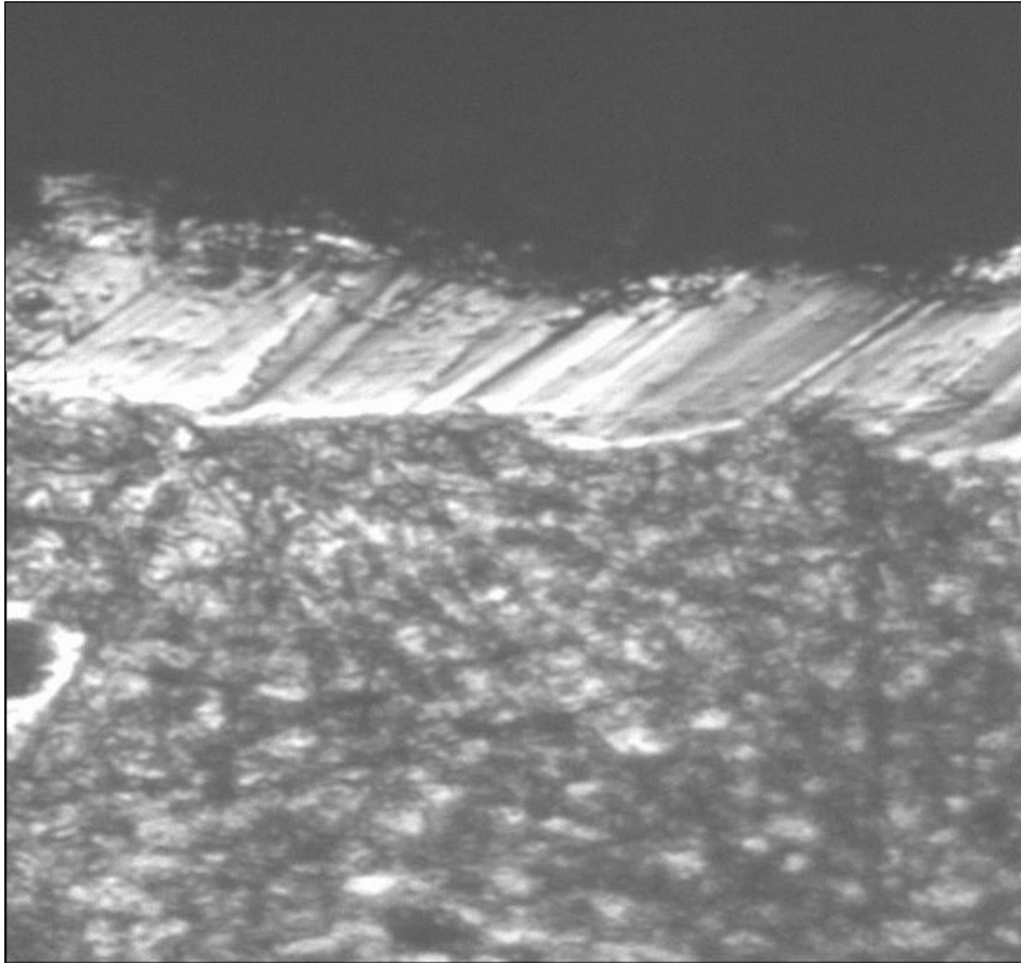


Figure IV. 6. Coupe transversale de l'alliage **Ti-5Al-4Mo** nitruré (X600) à 580°C pendant 12 h.

Sur le cliché, nous distinguons deux zones : une zone bien contrastée qui représente la couche de combinaison dont l'épaisseur est de l'ordre de 10 μm . Une zone moins contrastée représentant la couche de diffusion et dont l'épaisseur a pu être évaluée à partir des tests de microdureté. Approximativement, cette épaisseur est de l'ordre 180 μm .

IV.3.2. Caractérisation par diffraction des rayons X

Pour une température relativement moyenne (580 °C), les composants traditionnels de la nitruration sont observés ; à savoir : une couche de combinaison biphasique ($\gamma' + \epsilon$) à la surface et au dessous, une couche de diffusion.

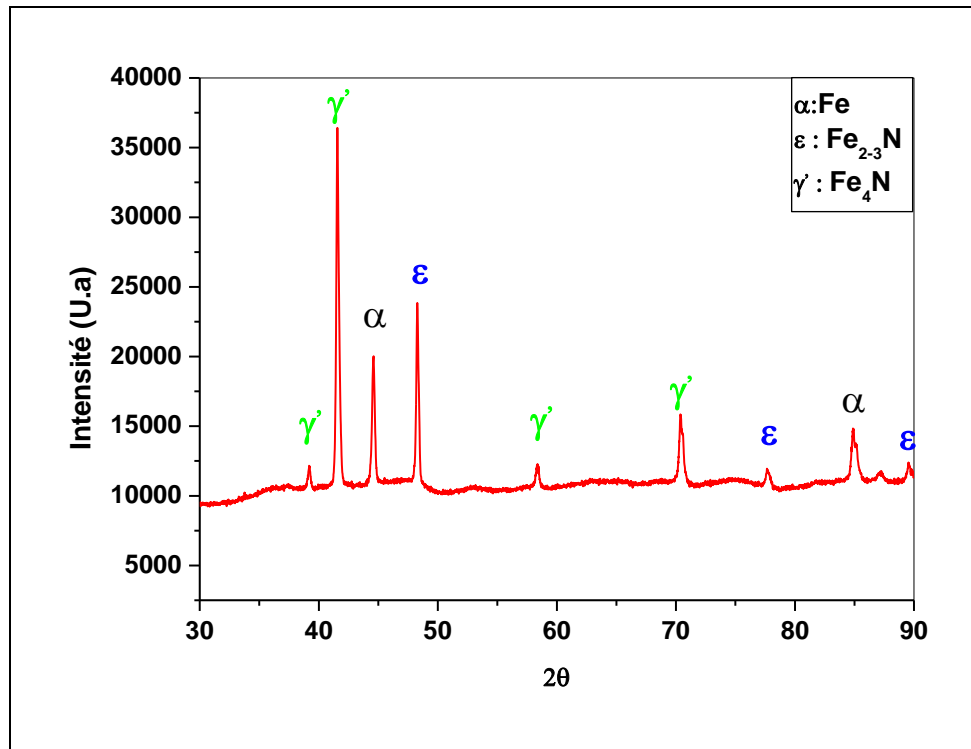


Figure IV. 7. Spectre des DRX de l'acier C22 nitruré.

Hormis les pics correspondants au fer et qui ont des intensités de plus en plus faibles par rapport à ceux de l'état non traité (Figures IV.7), les pics de la phase γ' ainsi que les autres pics relatifs à la phase ε sont aussi présents. A noter aussi l'intensité plus importante des pics du nitrure γ' par rapport à ceux du nitrure ε . Ceci peut être expliqué par le fait qu'on est au début de la nitruration.

Des analyses par diffraction des rayons X ont été effectuées pour s'assurer du bon déroulement du traitement de nitruration et de déterminer la nature des composés formés. Le spectre obtenu (Figure IV.8) montre une formation des composés majeurs TiN, Ti₂N (les pics les plus significatifs). Ceci confirme que le traitement effectué selon les conditions déjà présentées antérieurement est efficace.

La conséquence de ce traitement est la formation d'un gradient de solution solide d'azote dans le titane α sur quelques centièmes de millimètres de profondeur, recouvert en extrême surface d'un composé défini de nitrure de titane mixte de type TiN et Ti₂N de quelques micromètres d'épaisseur. Le composé TiN présente une structure cristalline cubique à faces centrées tandis que Ti₂N présente une structure quadratique.

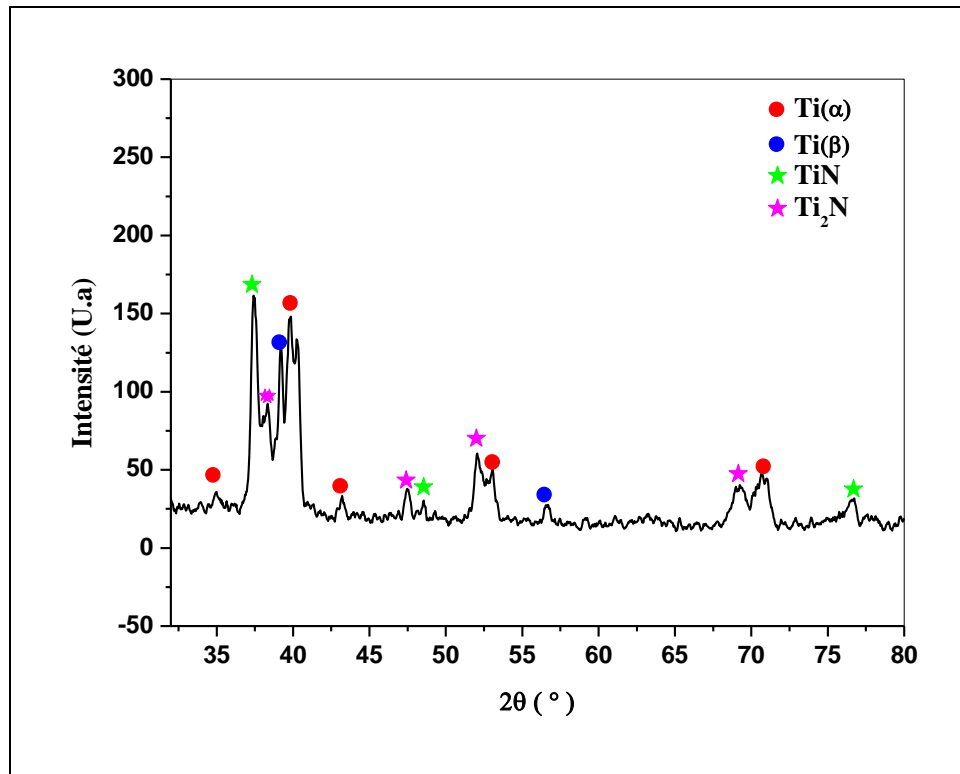


Figure IV. 8. Spectre des DRX de l'alliage Ti-5Al-4Mo nitruré.

IV.3.3. Caractérisation par microdureté

En vue de caractériser mécaniquement la qualité de la couche, des tests de microdureté ont été réalisés. Ces tests consistent à effectuer des essais de microdureté Vickers HV sous une charge de 300 g, depuis la surface vers le cœur de l'échantillon, sur une coupe perpendiculaire à la surface nitrurée.

On remarque que la microdureté varie depuis la surface jusqu'au cœur de l'acier C22. En effet, le traitement superficiel appliqué a engendré un durcissement structural.

Le profil de la dureté en fonction de la profondeur est représenté dans la figure (IV.9)

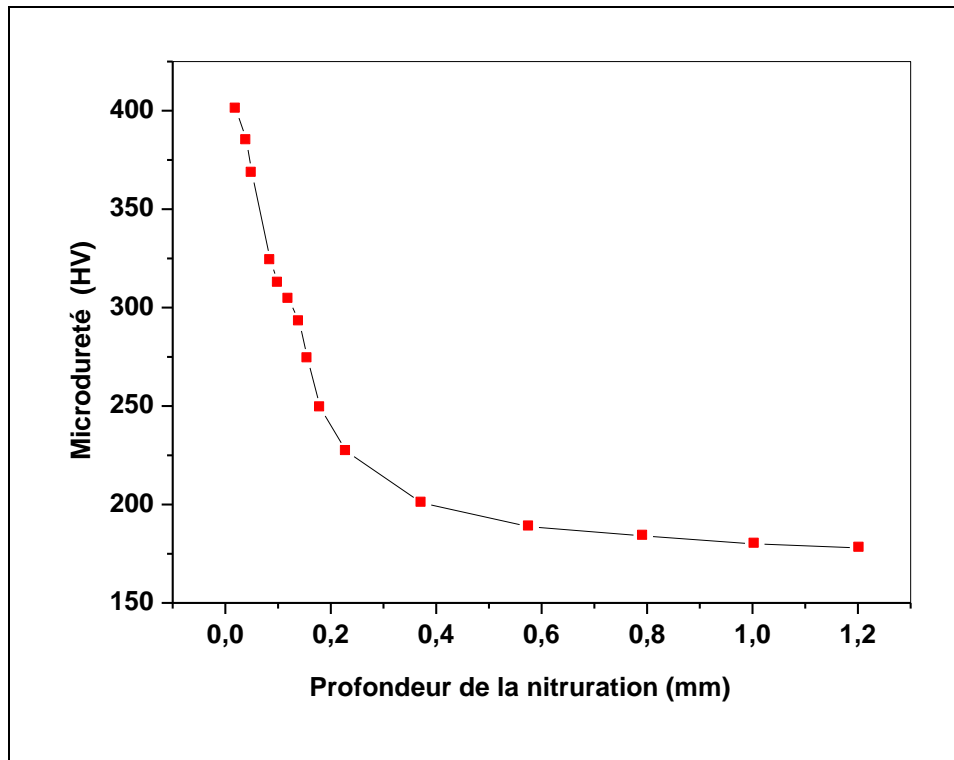


Figure IV. 9. Profil de la dureté de l'acier C22 nitruré à 580 °C.

On note une dureté superficielle de l'ordre de 400 HV par contre elle était de l'ordre 170 HV à l'état brut. Cette dureté diminuée depuis la surface vers le cœur du substrat.

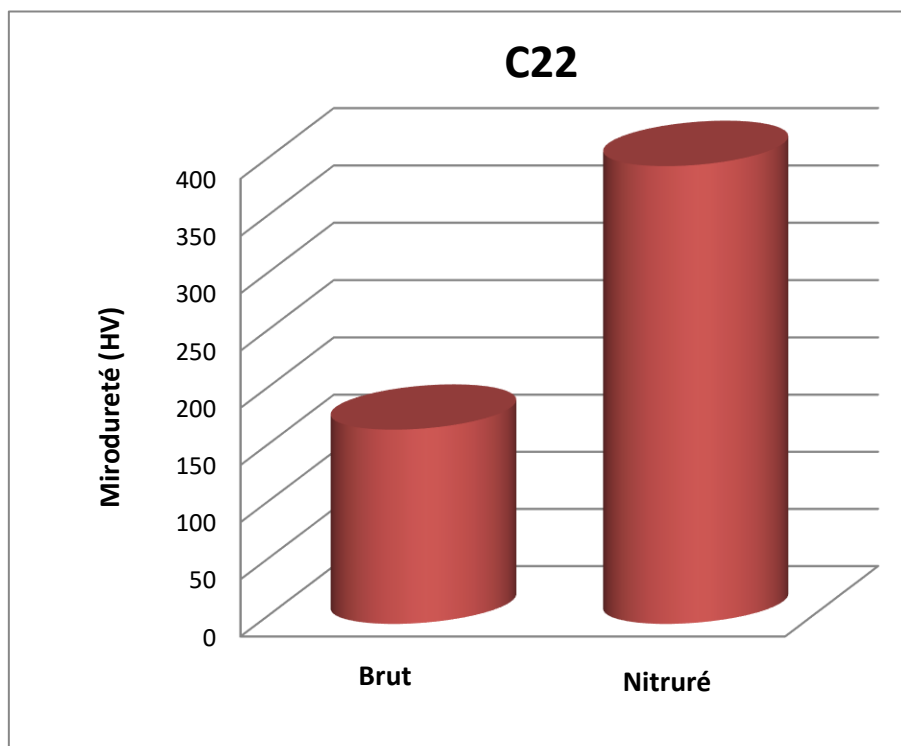


Figure IV. 10. Variation de la dureté de l'état brut à l'état nitruré de l'acier C22.

Le résultat obtenu pour l'alliage **Ti-5Al-4Mo** est représenté sur la figure IV.11. On y remarque que la microdureté varie depuis la surface jusqu'au cœur de l'alliage. La dureté atteint la valeur de 1.3 fois la dureté en cœur. En effet, le traitement superficiel appliqué a engendré un durcissement structural.

Ce durcissement peut être expliqué par la diffusion directe de l'azote qui se met en solution pour produire des phases dures.

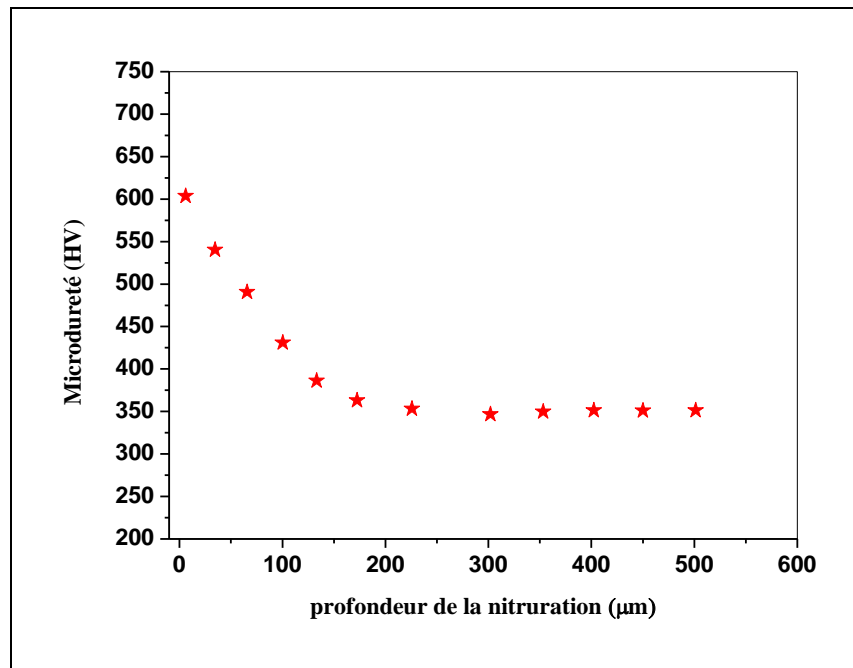


Figure IV. 11. Profils de microdureté après traitement de nitruration de l'alliage Ti-5Al-4Mo.

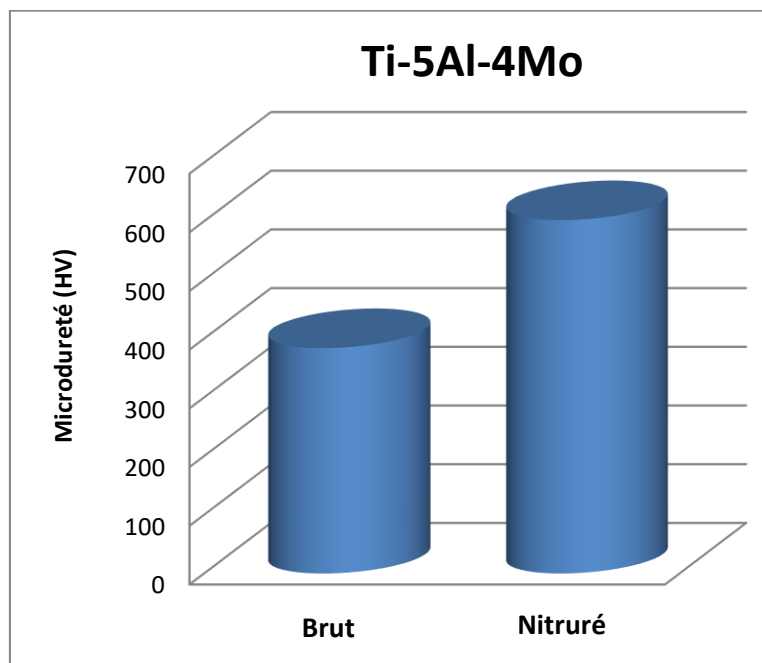


Figure IV. 12. Variation de la dureté de l'état brut à l'état nitruré de l'alliage Ti-5Al-4Mo.

On constate que l'alliage Ti-5Al-4Mo est plus résistant mécaniquement que l'acier C22.

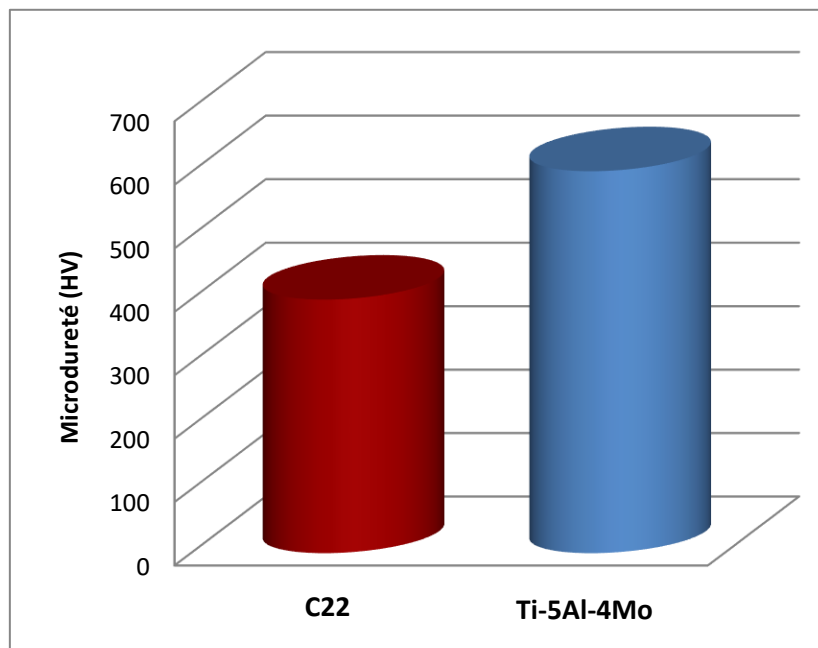


Figure IV. 13. Variation de la dureté de l'état nitruré des deux matériaux utilisés.

IV.4. CONCLUSION PARTIELLE

Dans une première étape, nous avons réalisé un traitement de nitruration en bain de sels en phase ferritique à la température 580°C, à un temps de maintien de 12 h pour chacun des échantillons. Nous résumons ci-après l'essentiel de nos résultats:

- Les structures métallographiques se caractérisent par :
 - ✓ Une couche de combinaison composée de nitrures et de fer en extrême surface, dont l'épaisseur est de 15 μm en extrême surface formée principalement des phases ϵ - Fe_{2-3}N et γ' - Fe_4N pour l'acier C22 suivie d'une couche de diffusion.
 - ✓ Une couche de combinaison composée de nitrures et de titane en extrême surface, dont l'épaisseur est de 10 μm en extrême surface formée principalement des phases TiN et Ti_2N pour l'alliage Ti-5Al-4Mo suivie d'une couche de diffusion.

Dans ces couches de combinaison, on observe clairement des porosités, dont la présence s'explique par les pressions partielles d'azote moléculaire. Celles-ci favorisent la formation de nitrures de fer. A noter que ces porosités se situent préférentiellement dans la partie extérieure de la couche.

- Concernant le profil de la microdureté :

La profondeur de nitruration est déterminée dans notre cas à partir des courbes expérimentales de microdureté pour chaque échantillon. Elle est définie conventionnellement comme la distance entre la surface, et la couche ayant une dureté correspondant à celle du cœur (mesurée en HV) augmentée de 100 HV.

D'une manière générale, la variation de la microdureté est proportionnelle à la variation de l'azote. Nous avons constaté l'augmentation de la microdureté superficielle pour l'échantillon C22 qui passe de 170 HV à 400 HV pour C22. La même observation a été faite sur l'échantillon Ti-5Al-4Mo dont la microdureté superficielle passe de 384 HV à 602 HV pour l'alliage Ti-5Al-4Mo.

Cette légère augmentation de l'épaisseur des couches de combinaison de l'acier C22 par rapport à celle de l'alliage Ti-5Al-4Mo a été observée. Ceci montre que le Titane gêne le développement des couches de combinaison

Les résultats de la diffraction des rayons X en incidence montrent que les couches blanches sont constituées de nitrures ϵ -Fe₂₋₃N et γ' -Fe₄N de structure cubique à faces centrées (cfc) dans laquelle un atome d'azote occupe le site octaédrique situé au centre de la maille.

Etant donné que notre deuxième échantillon contient du titane, ce dernier présente une affinité de combinaison avec l'azote, ainsi il se forme des précipités de nitrures finement dispersés dans la zone de diffusion. Cette précipitation conduit à un durcissement important

En ce qui concerne la couche de diffusion, le titane réagit avec l'azote, en produisant un durcissement important par formation de zones de Guinier-Preston ou par précipitation de nitrures ou carbonitrures. Le durcissement dépend de l'affinité de l'azote pour l'élément considéré mais aussi, pour une part importante, des paramètres cristallins du précipité formé.

On analysant et on comparant nos résultats pour les deux matériaux, nous avons pu mettre en évidence l'amélioration des propriétés physico-chimiques et mécaniques des deux matériaux étudiées et surtout sur le comportement surfacique de l'acier C22.

En perspective, il serait intéressant de poursuivre le travail suivant le comportement électrochimique dans des milieux agressifs pour voire la résistance de la couche formée envers la corrosion.

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Ce travail avait pour but d'effectuer une étude comparative de l'influence d'un traitement de nitruration en bain de sels sur le comportement mécanique et électrochimique de l'alliage à base de titane Ti-5Al-4Mo (β -CEZ) et l'acier non allié C22.

Les micrographies de l'alliage de titane Ti-5Al-4Mo et l'acier C22 obtenues à l'état brut et à l'état traité ont bien montré les changements structuraux effectués lors de ce traitement, Les observations microscopiques nous ont permis de délimiter la couche de nitruration.

L'analyse par diffraction des rayons X des échantillons traités nous ont permis l'identification les différents nitrides de titane (TiN , Ti_2N) et nitrides de fer (Fe_{2-3}N , Fe_4N) formés. Ceci confirme que le traitement effectué selon les conditions déjà présentées est efficace.

Afin de vérifier la qualité des couches formées, des tests de la microdureté Vickers ont été effectué, le traitement a conduit à une augmentation de la dureté de la surface des deux matériaux par rapport à celle de la matrice suite à la formation de nitrides de titane et de fer.

On peut conclure que la nitruration en bain de sels a permis d'améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage Ti-5Al-4Mo et C22.

Il ressort aussi de cette étude comparative entre le Ti-5Al-4Mo et le C22, que le traitement de nitruration a permis d'améliorer le comportement mécanique l'acier C22 mieux que celui de l'alliage Ti-5Al-4Mo ceci est lié à l'existence de la porosité dans la couche de combinaison.

Références bibliographiques

- [1] Z. Khadidja, “Analyse avec Spectroscopie d’électron Auger de la réaction entre des couches minces en Chrome et des substrats en Acier,” mmoire de master, université de Kasdi Merbah, Ouargla, 2012.
- [2] “Définition de l’acier.” [Online]. Available: <https://www.meubliz.com/definition/acier/>.
- [3] “Aciers de construction.” [Online]. Available: https://ds.arcelormittal.com/repository/poutrelles_rails_tubes_parachevement_negoce/aciers_construction_presentation.
- [4] A. Clermont-Ferrand, Ed., “Traitements thermiques des aciers,” pp. 1–11.
- [5] Z. D. E. Bouamara Abderrazak, “Etude de la résistance à la corrosion par la couche nitrurée obtenue sur l’acier faiblement allié 42CrMo4,” mmoire de master, université de Bejaia, 2014.
- [6] B. Khaoula, B. Chaima, “Etude de l’influence d’un traitement de surface sur le comportement d’un acier,” Constantine1, 2017.
- [7] G. N. I. Fonteneau, J. Ledion, “Acier inoxydable,” 2003.
- [8] Mahmoudi.Sana, “Etude comparative entre deux métaux passifs en milieux neutre, alcalin et acide: un acierinoxydable 304L et un alliage de titane Ti6Al4V,” université mentouri-constantine, 2008.
- [9] C. Pierre-Jean, “Acier inoxydable,” technique d’ingenieur, vol. MB4, no. M4540, 2000.
- [10] Yves Combres, Propriétés du titane et de ses alliages, Techniques de l’ingénieur, M4780 v1, 2010
- [11] S. Boukhessaim, Propriétés de Microstructure et Toxicologie des Alliages Aluminium-Titane, Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2013.
- [12] El amine Nouicer, Comportement électrochimique et propriétés mécaniques de l’alliage de Titane Ti6Al4V. Etude des traitements de surface, Thèse de doctorat, Université Mentouri de Constantine, 2009.

- [13] Pr. G. gregoire, Dr. B. Grosgeat- balayre, Alliages dentaires, Université Numérique des Sciences Odontologiques Francophones, 2011
- [14] R. Fayolle and B. Courtois, “Ateliers de traitement thermique,” in Hygiène et sécurité, 2001, pp. 5–20.
- [15] P. Gérard Maeder, Louis Castex, Djafari, Valiollah, Poupeau, “Précontraintes et traitements superficiels,” Technique del’ingenieurs, vol. M 1180, pp. 5–26.
- [16] C.T.Dominique Ghglione, Cllaude leroux, ”Pratiques des traitements thermochimiques Aspects théoriques, classification, ”Technique d’injenieur, vol.M1225, no.7,p.18, 1994.
- [17] “Cémentation ou carburation des aciers.” [Online]. Available: www.a3ts.org.
- [18] R. Langevin Raymond, “D’auto- apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique,” 2015, p. 186.
- [19] D. Ghiglione, C. leroux , and C. tournier, “Pratique des traitements thermochimiques Cémentation, Carbonitruration,” Technique d’ingénieur, vol. M 1226, p. 43, 1994.
- [20] “Carbonitruration.” [Online]. Available: www.a3ts.org/actualite/commissions-techniques/fiches-techniques-traitement-surface/carbonitruration/.
- [21] M. Mosbah, “Support de cours,” materiaux métalliques, 2015, pp. 2014–2015.
- [22] D. Abdeldjalil, “influence des traitements de surface sur les propriétés mécaniques,” mentouri, constantine, 2007.
- [23] R. Leveque, “Traitements thermiques des aciers à outils traitements superficiels,” Technique d’ingénieur, vol. M 1135, p. 24, 1993.
- [24] S. A. Bouaziz, “Comportement tribologique,” Traitement et Matériaux, vol. 44, no. 427, p. 9.
- [25] L. Barrallier, “Genèse des contraintes résiduelles de nitruration etude expérimentale et modélisation,thèse doctorat,” Ecole Nationale Sup erieure d’Arts et métiers,2010.
- [26] L. Marot, “Développement d’un nouveau système d’implantation ionique en immersion

- plasma et analyses des processus de nitruration,” université de poitiers, 2003.
- [27] L. Barrallier, “Modélisation des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées.”université de Paris XIII, 1989.
- [28] Y. Rerari, “Cémentation, Nitruration des aciers faiblement alliés Amélioration des propriétés d’usure et de frottement,” université Badji Mokhtar,Annaba, 2012.
- [29] “Nitruration Plasma.” [Online]. Available:
www.plasma.com/fr/plasmatechnik/lexikon/nitruration-plasma/.
- [30] E. Hiroaki Okamoto, Mark E. Schlesinger, Ed., Alloy Phase Diagrams. ASM International, 1992.
- [31] C. Ghiglione, “Nitruration, nitrocarburation et dérivés,” Technique d’ingénieur, vol. P3, no. M 1 227.
- [32] S. Haziza, “Introduction à la Diffraction par Rayon X,” in *Université de Paris*, 2014, pp. 1–10.
- [33] Walter Dal. Carbonitruration des aciers faiblement alliés : réponses à la trempe et au revenu, Traitements et Matériaux, Pyc Edition, 2016

Résumé

L'objectif de ce travail est de montrer l'influence d'un traitement de nitruration en bain de sels sur le comportement mécanique de deux matériaux métalliques, l'alliage à base de titane Ti-5Al-4Mo (β -CEZ) et l'acier non allié C22.

Le traitement utilisé dans ce travail est la nitruration en bain de sel effectué à une température de 580°C pendant 12 heures.

Une série d'analyses ont été effectués à l'état brut et après le traitement de nitruration sur les échantillons considérés.

Les micrographies obtenues à l'état brut et à l'état traité ont bien montré les changements structuraux effectués lors de ces traitements, les observations microscopiques nous ont permis de délimiter la couche de nitruration.

La diffraction des rayons X des échantillons traités nous a permis l'identification les différents nitrures de titane et de fer formés.

Les tests de la microdureté Vickers effectués sur des coupes perpendiculaires des échantillons traités (Ti-5Al-4Mo, C22), ont bien montré l'augmentation de la dureté de la surface.

L'étude comparative dans ce travail est montrée que la nitruration en bain de sel a amélioré le comportement mécanique l'acier C22 mieux que celui de l'alliage Ti-5Al-4Mo.

Mots clés : Acier C22, titane Ti-5Al-4Mo, nitruration en bain de sel, caractérisation, dureté.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو إظهار تأثير علاج النترجة في حمام ملحي على السلوك الميكانيكي لمادتين معدنيتين ، سبائك التيتانيوم (Ti-5Al-4Mo) (β -CEZ) و الصلب غير المخلوط C22 .

العلاج المستخدم في هذا العمل هو عبارة عن نترجة في حمام ملحي المنفذة عند درجة حرارة 580 درجة مئوية لمدة 12 ساعة.

تم إجراء سلسلة من التحليلات في الحالة الخام وبعد معالجة النترجة في حمام ملحي على العينات التي تم النظر فيها.

أظهرت الصور المجهرية التي تم الحصول عليها في الحالة الخام وفي الحالة المعالجة بوضوح التغيرات الهيكلية التي حدثت خلال هذه المعالجات ، فقد سمحت لنا الملاحظات المجهرية بتحديد طبقة النترجة.

سمح لنا حيود الأشعة السينية للعينات المعالجة بتحديد نيتريدات التيتانيوم والحديد المتشكلة.

أظهرت اختبارات الصلادة الدقيقة لـ Vickers التي أجريت على المقاطع العمودية للعينات المعالجة (Ti-5Al-4Mo)، (C22) زيادة صلادة السطح.

أظهرت الدراسة المقارنة في هذا العمل أن علاج النترجة في حمام ملحي تحسن السلوك الميكانيكي للصلب C22 بشكل أفضل من سبائك Ti-5Al-4M.

الكلمات الرئيسية : الصلب C22 ، التيتانيوم Ti-5Al-4Mo ، النترجة في حمام ملحي ، توصيف

، صلادة.

Abstract

The aim of this work is to show the influence of a salt bath nitriding treatment on the mechanical behavior of two metallic materials, the Ti-5Al-4Mo titanium alloy (β -CEZ) and the C22 steel.

The treatment used in this work is the salt bath nitriding carried out at a temperature of 580 ° C for 12 hours.

A series of analyzes were carried out in the raw state and after the nitriding treatment on the samples considered.

The micrographs obtained in the raw state and in the treated state clearly showed the structural changes made during these treatments, the microscopic observations allowed us to delimit the nitriding layer.

The X-ray diffraction of the treated samples allowed us to identify the different nitrides of titanium and iron formed.

The Vickers microhardness tests carried out on perpendicular sections of the treated samples (Ti-5Al-4Mo, C22), showed the increase of the hardness of the surface.

The comparative study in this work is shown that salt bath nitriding improved the mechanical behavior of C22 steel better than that of Ti-5Al-4Mo alloy.

Key words: C22 steel, Ti-5Al-4Mo titanium, salt bath nitriding, characterization, hardness.

Résumé

L'objectif de ce travail est de montrer l'influence d'un traitement de nitruration en bain de sels sur le comportement mécanique de deux matériaux métalliques, l'alliage à base de titane Ti-5Al-4Mo (β -CEZ) et l'acier non allié C22.

Le traitement utilisé dans ce travail est la nitruration en bain de sel effectué à une température de 580°C pendant 12 heures.

Une série d'analyses ont été effectués à l'état brut et après le traitement de nitruration sur les échantillons considérés.

Les micrographies obtenues à l'état brut et à l'état traité ont bien montré les changements structuraux effectués lors de ces traitements, les observations microscopiques nous ont permis de délimiter la couche de nitruration.

La diffraction des rayons X des échantillons traités nous a permis l'identification les différents nitrures de titane et de fer formés.

Les tests de la microdureté Vickers effectués sur des coupes perpendiculaires des échantillons traités (Ti-5Al-4Mo, C22), ont bien montré l'augmentation de la dureté de la surface.

L'étude comparative dans ce travail est montrée que la nitruration en bain de sel a amélioré le comportement mécanique l'acier C22 mieux que celui de l'alliage Ti-5Al-4Mo.

Mots clés :

Acier C22, titane Ti-5Al-4Mo, nitruration en bain de sel, caractérisation, dureté.